

Hochschule Mittweida
Fakultät: Maschinenbau
Studiengang: Maschinenbau

Bachelorarbeit

Thema:

**Vergleichende Untersuchungen zwischen
galvanischen und chemischen Nickel-Phosphor-
Schichten.**

**Comparison of galvanic and electroless nickel
phosphor plating process**

Autor: Christoph Groth

Matrikelnummer: 23506

Erstprüfer: Prof. Dr. rer. nat. Frank Köster

Zweitprüfer: Dipl.-Wirt.-Ing. Klaus Waldhardt

Ort: Ipsheim

Abgabetermin: 10.03.2014

Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei der Firma AHC Oberflächentechnik bedanken, dass Sie mir die Möglichkeit geboten haben, meine Abschlussarbeit in Ihrem Unternehmen zu schreiben.

Ich möchte mich bei meinem Betreuer Herr Dipl. – Wirt. – Ing. Klaus Waldhardt bedanken, dass er mich bei der Bearbeitung des Themas unterstützt hat. Immer die Zeit aufgebracht hat, um Fragen zu diskutieren und damit neue Denkanstöße gegeben.

Zudem möchte ich mich bei vielen Angestellten der AHC Oberflächentechnik in den Werken Kirchheim-Heimstetten und der F&E in Kerpen bedanken, für die Unterstützung bei dieser Arbeit.

Für Ihre Unterstützung möchte ich mich vor allem bei dem Team im Werk Neustadt a. d. Aisch bedanken, die mich in vielen Bereichen bei der Organisation des Umfeldes und der Arbeit unterstützt haben.

Zuletzt möchte ich mich noch bei meiner Familie bedanken, dass Sie es mir ermöglicht hat, diese Arbeit zu verfassen und mir dabei moralisch zur Seite stand.

I. Inhaltsverzeichnis

I.	Inhaltsverzeichnis	I
II.	Abbildungsverzeichnis	III
III.	Tabellenverzeichnis	IV
IV.	Eigenständigkeitserklärung	V
V.	Abkürzungsverzeichnis	I
VI.	Einheitenverzeichnis.....	II
1	Einleitung.....	1
2	Zielsetzung und Motivation	2
3	Nickel Phosphor Legierungen.....	3
4	Theoretischer Vergleich der Abscheidungsverfahren von chemischen und galvanischen Nickel-Phosphor-Schichten.	5
4.1	Möglichkeiten des Elektrolyten NIPHOS966®	8
5	Versuchsplan	9
5.1	Schichtdicke und Schichtdickenverteilung.....	9
5.1.1	Das Wägeverfahren oder die theoretische Bestimmung der Schichtdicke 9	
5.1.2	Schichtdickenmessung mit mikroskopischen Verfahren	10
5.1.3	Röntgenfluoreszenz Verfahren	11
5.2	Mikrohärte im abgeschiedenen Zustand und nach verschiedenen Wärmebehandlungen.....	12
5.3	Korrosionsschutz.....	13
5.3.1	Salzsprühnebeltest (DIN EN ISO 9227).....	13
5.3.2	Kondenswasser-Wechselklima-Test mit schwefeldioxidhaltiger Atmosphäre	14
5.4	Verschleißprüfung und tribologische Eigenschaften von galvanisch erzeugten Nickel-Phosphor Schichten	15
5.4.1	Stift-Scheibe-Tribometer	15
5.4.2	Taber-Abraser-Verfahren.....	15
6	Auswertung der Versuche.....	17
6.1	Ergebnisse aus der Elektrolytkontrolle	17
6.2	Ermittlung der prozentualen Legierung Zusammensetzung	20
6.3	Schichtdicke und Schichtdickenverlauf	21

6.4	Rückschlüsse, die sich aus Ergebnissen aus den Schichtverlauf ergeben ..	26
6.5	Struktureller Aufbau der Schicht.....	27
6.6	Auswertung zum Korrosionsschutz	30
6.6.1	Neutraler Salzsprühnebelprüfung (NSS-Prüfung).....	31
6.6.2	Essigsaurer Salzsprühnebeltest (AASS-Prüfung).....	32
6.6.3	KESTERNICH-Test	33
6.6.4	Porendichte	34
6.6.5	Schlussfolgerungen aus den Auswertungen zu den Korrosionstests	34
6.7	Mikrohärte bei verschiedenen Wärmebehandlungszuständen	36
6.8	Auswertung Tribologische Verfahren	39
6.8.1	Auswertung der Taber-Abraser Messwerte	39
6.8.2	Auswertung der Resultate des Stift-Scheibe-Tribometer	41
6.9	Erfahrungswerte aus der Produktion	42
7	Fazit aus den vergleichenden Untersuchungen	45
8	Ausblicke	46
Anhang A1	Arbeitsanweisung Titration	A1
Anhang A2	Arbeitsanleitung NIPHOS® 14 Januar 2010	A2
Anhang A3	Berechnungen	A3
Anhang A4	Schichtdickennachweis für 200µm	A4
Anhang A5	Messprotokoll Schichten von 20-200µm	A5
Anhang A6	Korrosionstest.....	A6
Anhang A7	Mikrohärte.....	A7
Anhang A8	Taber-Abraser-Test	A8
Anhang A9	Stift-Scheibe-Tribometer	A9
	Quellenverzeichnis	

II. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 Darstellung der elektrischen Feldlinien.....	7
Abbildung 2 Phosphor Konzentration im Elektrolyt.....	18
Abbildung 3 Abbildung des Probekörpers	21
Abbildung 4 Schichtdickenverlauf bei 5µm.....	22
Abbildung 5 Schichtdickenverlauf bei 10 µm.....	22
Abbildung 6 Prozentuale Verteilung der Schichtdicke	23
Abbildung 7 Verteilung der Schichtdicke bei 50µm	24
Abbildung 8 Porendichte in Abhängigkeit der Schichtdicke (Kanani P. D.-I., 2007) ..	34
Abbildung 10 Graphische Darstellung der Härtewerte	38
Abbildung 11 Vergleich der Ergebnisse des Taber-Abraser Verfahren	40
Abbildung 12 pulvrige Schicht durch Kation Mangel	42
Abbildung 13 Thermographie Aufnahme des Versuchsbad	43
Abbildung 14 keine Schichtbildung an der Klemmstelle beim losen fixieren	43
Abbildung 15 Klemmen der Werkstücke über eine Schraubverbindung beim galvanischen	44
Abbildung 16 Klemmen der Werkstücke für den chemischen Prozess	44
Abbildung 17 einfache Stromzeitfunktionen. (Kanani P. D.-I., 2009).....	47
Abbildung 18 Stellt die galvanische Schicht mit 20µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1	8-- 1 -
Abbildung 19 galvanische Schicht mit 20µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2	8-- 1 -
Abbildung 20 galvanische Schicht mit 20µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3	A5-2
Abbildung 21 galvanische Schicht mit 30µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1	A5-2
Abbildung 22 galvanische Schicht mit 30µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2	8-- 3 -
Abbildung 23 galvanische Schicht mit 30µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3	A5-3
Abbildung 24 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1	A5-4
Abbildung 25 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2	A5-4
Abbildung 26 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3	A5-5
Abbildung 27 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1	A5-5
Abbildung 28 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2	A5-6
Abbildung 29 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3	A5-6

Abbildung 30 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung.....	A5-7
Abbildung 31 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung.....	A5-8
Abbildung 32 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung.....	A5-9
Abbildung 33 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung.....	A5-10
Abbildung 34 galvanische Schicht, ohne Wärmebehandlung, 500 fache Vergrößerung	A7-1
Abbildung 35 galvanische Schicht, bei 190°C getempert, Dauer 2h, 500 fache Vergrößerung	A7-2
Abbildung 36 galvanische Schicht, bei 280°C getempert, Dauer 3h, 500 fache Vergrößerung	A7-3
Abbildung 37 galvanische Schicht, bei 305°C getempert, Dauer 3h, 500 fache Vergrößerung	A7-4
Abbildung 38 galvanische Schicht, bei 320°C getempert, Dauer 3h, 500 fache Vergrößerung	A7-5

III. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Einfluss des Phosphorgehalts auf die Eigenschaften NiP-Schichten (Kanani, 2007).....	3
Tabelle 2: Anwendungsbeispiele für Unterschiedliche Phosphorgehalte aus DIN EN ISO 4527	4
Tabelle 3 Vergleich der Hauptverfahrensparameter der untersuchten Elektrolyte	5
Tabelle 4 Reaktion der chemischen Nickel Phosphor Abscheidung (AHC Oberflächentechnik, 4. erweiterte Auflage 1999).....	6
Tabelle 5 wichtigsten Einflüsse der Stromlinien Verteilung. (Köster).....	6
Tabelle 6 Reaktionen bei der galv. Metallabscheidung	7
Tabelle 7 theoretische Schichtstärke.....	10
Tabelle 8 Elektrolytkontrolle	17
Tabelle 9 Messwerte Massenspektroskopie.....	20
Tabelle 10 Parameter der Proben	21
Tabelle 11 Ergebnisse der Schichtdicken Untersuchungen	25
Tabelle 12 Darstellung der geätzten Querschliffen.....	28
Tabelle 13 Auswertung des neutralen Salzsprühnebeltest.....	31
Tabelle 14 Auswertung des Essigsäuren Salzsprühnebeltest.....	32
Tabelle 15 Auswertung KESTERNICH-Test.....	33
Tabelle 16 Temperatur-Zeit-Regime	36
Tabelle 17 Ermittelte Härtewerte für die Temperatur-Zeit-Regime	37
Tabelle 18 Vergleich der Härtewerte der Abscheidungssysteme	38
Tabelle 19 Ergebnisse des Taber-Abraser Tests	39
Tabelle 20 Ergebnisse des Stift-Scheibe-Tribometers	41

IV. Eigenständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe. Diese Arbeit wurde in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Ort, Datum

Vorname Nachname

V. Abkürzungsverzeichnis

ca.	Zirka
galv. Nip	Galvanische Nickel Phosphor Schicht
chem. NiP	Chemische Nickel Phosphor Schichten
VE-Wasser	Deionisiertes oder vollentsalztes Wasser
d	Durchmesser
A_w	Oberflächeninhalt des Werkstücks
d_s	Schichtstärke
Δm	Differenz der Masse
Ni	Nickel
P	Phosphor
DNC	DURNI-COAT [®] (chemisch Nickel Verfahren)
NSS	Neutraler Salzsprühnebeltest
AASS	Essigsaurer Salzsprühnebeltest (acetic acid salt spray)
CASS	Kupferbeschleunigter Salzsprühnebeltest (copper accelerated salt spray)
m_a	abgeschiedene Masse
F	Kraft

VI. Einheitenverzeichnis

N	Newton
A	Ampere
g	Gewicht in Gramm
mg	Gewicht in Milligramm
μm	Mikrometer
mm	Millimeter
cm	Zentimeter
dm	Dezimeter
cm^2	Quadratzentimeter
dm^2	Quadratdezimeter
mm^3	Kubikmillimeter
cm^3	Kubikzentimeter
dm^3	Kubikdezimeter
Ω	Ohm
Oe	Oersted (nicht mehr im Gebrauch)
HV	Härte nach Vickers
HK	Härte nach Knoop
Ah	Ampere Stunden
h	Stunden
min.	Minuten
$^{\circ}\text{C}$	Temperatur in Grad Celsius
K	Temperatur in Kelvin
μ	My (Reibzahl)
%	Prozent

1 Einleitung

Die Beschichtungstechnik ist ein wichtiges Standbein für den Leichtbau, der heutigen industriellen und wirtschaftlichen Welt. Mit ihr ist man in der Lage, Werkstoffen gewünschte Eigenschaften zu verleihen und ungewollte zu minimieren. Die Anwendungsgebiete erstrecken sich dabei vom Korrosionsschutz über die Änderung von tribologischen Eigenschaften bis hin zum Einsatz in dekorativen Bereichen.

Die dafür benötigten Beschichtungsverfahren sind genau so vielfältig wie die aufgetragenen Schichten. Die gängigsten Verfahren sind in der DIN 8580 zusammengefasst und in Gruppen klassifiziert, aus welchen Medien diese abgeschieden werden.

Die vorliegende Arbeit setzt sich mit der Gruppe, Beschichten aus dem ionisierten Zustand' auseinander. Es wird ein Vergleich zwischen abgeschiedenen galvanischen und chemischen Nickel-Phosphor Legierungen erarbeitet.

2 Zielsetzung und Motivation

Die AHC-Gruppe setzt seit über 50 Jahren chemische Nickel Phosphor Schichten zur Veredelung von Metallen ein. Die technischen und wirtschaftlichen Vor- und Nachteile sind bekannt.

Der schwerwiegendste Nachteil sind die verfahrensbedingten hohen Kosten. Eine Alternative für chemische Nickel Phosphor Schichten (folgend abgekürzt als chem. NiP) existiert bereits und ist auf dem Markt erhältlich. Es handelt sich dabei um die galvanische Nickel Phosphor Schicht (folgend abgekürzt als galv. NiP).

Derzeit sind technische und wirtschaftliche Eigenschaften dieses Verfahrens noch nicht bekannt. Ein Vergleich dieser beiden Systeme soll Aufschluss geben, in welchen Bereichen der galvanische Elektrolyt Vorteile bzw. Nachteile gegenüber dem chemischen Elektrolyten aufweist.

Im Allgemeinen kann davon ausgegangen werden, dass der galvanische Elektrolyt wesentlich längere Standzeiten als der chemische besitzt. Zusätzlich ist die hohe Kontaminationsanfälligkeit des chemische Elektrolyten zu beachten. Beim Erreichen bestimmter Grenzwertkonzentrationen ist ein Neuansatz des Bades unvermeidlich. Weiterhin ist die Prozessanalyse und Kontrolle samt Nachdosierung der verbrauchten Chemikalien zu bewerten.

3 Nickel Phosphor Legierungen

Elementares Nickel (Ni) ist ein silberweises, ferromagnetisches Metall, elementarer Phosphor (P) hingegen ist ein Nichtmetall. Diese beiden Stoffe bilden eine Legierung mit besonderen mechanischen, technologischen, chemischen und physikalischen Eigenschaften. Die Schichteigenschaften von Nickel-Phosphor-Legierungen werden maßgeblich durch den prozentualen Phosphorgehalt bestimmt. Die Tabelle 1 gibt Aufschluss über den Einfluss des Phosphorgehalts auf die Eigenschaften von Nickel-Phosphor-Schichten (Kanani, 2007).

Tabelle 1: Einfluss des Phosphorgehalts auf die Eigenschaften NiP-Schichten (Kanani, 2007)

Phosphorgehalt in %		1 - 4	7 - 9	10 - 12
Struktur		kristallin		röntgenamorph
Physikalische Eigenschaften				
Dichte	[g/cm ³]	8,5	8,1	7,9
Spezifischer elektrischer Widerstand	[$\mu\Omega \cdot \text{cm}$]	20 - 30	50 - 60	100
Thermischer Ausdehnungskoeffizient	[$\mu\text{m}/\text{m}/\text{K}$]	13	12	11
Magnetische Suszeptibilität	[%]	–	4	–
Koezitivfeldstärke	[Oe]	~10	1-2	0
Mechanische Eigenschaften				
Zugfestigkeit	[N/mm ²]	200	800 - 900	750 - 900
Bruchdehnung	[%]	0,5	0,7	~1,5
Härte	HV	650 - 700	550 - 600	500 - 550
Taber-Abraser-Index	–	10 - 12	15 - 20	20 - 25
Eigen ­ spannung ¹⁾ (auf Stahlsubstrat)	[N/mm ²]	- 10	± 5	+ 5
Chemische Eigenschaften				
Salzsprühtest	[h]	24	200	1000
Säurebeständigkeit	–	gering	mittel	gut
Technologische Eigenschaften				
Lötbarkeit	–	sehr gut	gut	mittel

¹⁾ -: Zugspannung, +: Druckspannung

Durch die abweichenden Eigenschaften ergeben sich verschiedene Anwendungsgebiete für diese Schichten. Ein Überblick über die möglichen Einsatzzwecke zeigt die Tabelle 2

Bei Betrachtung des mikrostrukturellen Aufbaus dieser Schichten, werden spezielle Eigenschaften von Nickel-Phosphor-Schichten erkennbar. Bei einem Phosphorgehalt von weniger als 8,5 Masse-% ist der Aufbau der Schicht im abgeschiedenen Zustand kristallin. Es entsteht ein feinkristallines Gefüge mit einer unzählbaren Anzahl an Korngrenzen. Beträgt der Phosphorgehalt dagegen mehr als 8,5 Masse-%, scheidet sich die Schicht amorph ab. Die Nickel und Phosphor Atome liegen ungeordnet vor, es sind keine Korngrenzen erkennbar. (Kanani, 2007). Dieser amorphe Zustand kann durch anschließendes Tempern wieder in ein kristallines Gefüge umgewandelt werden.

Tabelle 2: Anwendungsbeispiele für Unterschiedliche Phosphorgehalte aus DIN EN ISO 4527

Typ	Phosphorgehalt Massenanteil in %	Anwendungen
1	Keine Anforderungen für den Phosphorgehalt festgelegt	Allgemeine Anwendung
2 (niedriger Phosphorgehalt)	1 bis 3	Elektrische Leitfähigkeit, Löten und Drahtbonden
3 (niedriger Phosphorgehalt)	2 bis 4	Haftfestigkeit und Verschleiß, die hohe Härte im Abscheidungszustand erfordern
4 (mittlerer Phosphorgehalt)	5 bis 9	Allgemeine Anwendung für Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit
5 (hoher Phosphorgehalt)	über 10	Hohe Korrosionsbeständigkeit im Abscheidungszustand, nichtmagnetische Anwendungen, zum Diffusionsschweißen, biegefähige Überzüge mit hoher Dehnbarkeit; z. B. Überzüge, die einen Massenanteil von 12,5 % Phosphor enthalten, als Unterlage für Festplatten.

4 Theoretischer Vergleich der Abscheidungsverfahren von chemischen und galvanischen Nickel-Phosphor-Schichten.

Wie in den vorhergegangenen Kapitel beschrieben, ist das Verhalten der Schichten stark vom Phosphorgehalt in der Schicht abhängig. Um vergleichbare Aussagen über die Eigenschaften treffen zu können, müssen die zu vergleichenden Schichten ähnliche Phosphorgehalte aufweisen.

Ein Vergleich erfolgt zwischen dem galvanischen. Elektrolyt „NIPHOS® 966“ der Firma Umicore Galvanotechnik GmbH aus dem Schichten abgeschieden werden mit einem Phosphorgehalt von ca. 12% und dem von der AHC Oberflächentechnik GmbH selbstentwickelten DURNI-COAT® (DNC) Verfahren. Im Speziellen wird auf die Elektrolyte DNC 471 (Phosphorgehalt der Schicht von ca. 12%) und der Elektrolyt DNC 571 (Phosphorgehalt der Schicht von ca.10,5%), zurückgegriffen.

Die Tabelle 3 stellt die beiden Verfahren in den wichtigsten Verfahrensparametern gegenüber.

Tabelle 3 Vergleich der Hauptverfahrensparameter der untersuchten Elektrolyte

Verfahrensparameter	DNC 471	DNC 571	NIPHOS® 966
Prozesstemperatur	92 ± 2°C	91 ± 3°C	60 ± 5°C
pH-Wert	4,6 ± 0,2	4,4 ± 0,15	2,6 ± 0,1
Nickelgehalt	5,0 g/l	5,0 g/l	80 ±10 g/l
Aktiv Phosphor	-	-	25 ± 3 g/l
Konz. des Reduktionsmittel	40 ± 5 g/l	40 ± 3,5 g/l	-
Abscheidungsmechanismen	chemische Reduktions-Abscheidung	chemische Reduktions-Abscheidung	Elektrochemisch Gleichstrom-verfahren
Abscheide Geschwindigkeit	8-12 µm/h	10-15 µm/h	18-24 µm/h (Stromdichte abhängig)

Aus diesem Vergleich geht hervor, dass die Prozesstemperatur beim NIPHOS 30°C geringer ist, als bei den DNC-Verfahren. Zudem ist auffällig, dass der NIPHOS®

Elektrolyt in einem wesentlich saureren Medium arbeitet. Ob dieser Faktor Auswirkung auf die einsetzbaren Werkstoffe hat, wird im Verlauf der Arbeit zu untersuchen sein.

Die Abscheidemechanismen sind von Grund auf verschieden, dies wird bereits bei Betrachtung von Konzentration und Badinhaltstoffen deutlich.

Chemisch abgeschiedene Nickel-Phosphor Schichten haben verfahrensbedingt den Vorteil, dass die Schichtbildung konturengetreu abläuft. Die Ursache dafür ist, dass sich die Legierungselemente der Schicht nur an der Werkstückoberfläche reduzieren. Diese muss katalytische Eigenschaften besitzen, somit ist der gleichmäßige Aufbau der Schicht nur abhängig von der zur Verfügung stehenden katalytischen Oberfläche.

Die ablaufenden Reaktionen sind in der Tabelle 4 aufgeführt.

Tabelle 4 Reaktion der chemischen Nickel Phosphor Abscheidung (AHC Oberflächentechnik, 4. erweiterte Auflage 1999)

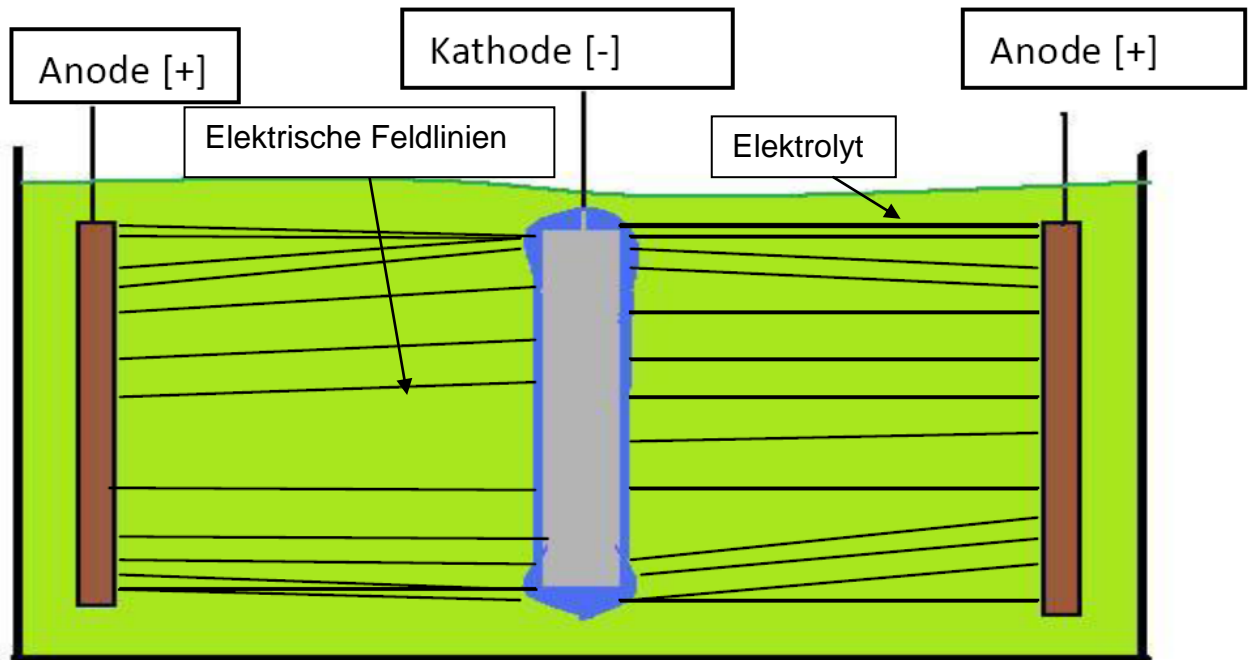
Reduktion des Nickel	$3\text{NaH}_2\text{PO}_2 + 3\text{H}_2\text{O} + \text{NiSO}_4 \rightarrow 3\text{NaH}_2\text{PO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2 + \text{Ni}$
Reduktion des Phosphor	$\text{NaH}_2\text{PO}_2 + [\text{H}] \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{NaOH} + \text{P}$

Im Gegenzug beruht die galvanische Schichtbildung auf der Elektrokristallisation. Eine konturengetreue Schichtbildung ist durch die ungleichmäßige Verteilung der elektrischen Feldlinien nicht möglich. Diese Verteilung beruht auf drei Mechanismen, welche in Tabelle 5 aufgeführt sind.

Tabelle 5 wichtigsten Einflüsse der Stromlinien Verteilung. (Köster)

Stromdichteverteilung	Bespiele
Primäre	Ohmsche Gesetz des elektrischen Feldes, Geometrische Verhältnisse, Elektrolytbehälter, Anordnung und Form der Kathode und Anode
Sekundäre	Elektrochemische Einflüsse des Systems, Überspannungen, Polarisation, Abscheidungsstromdichte, Bewegung des Elektrolyt, Zusammensetzung des Elektrolyt
Tertiäre	Mikroprofil des Substrat

Abbildung 1 Darstellung der elektrischen Feldlinien



Die Abbildung1 stellt eine Schematische Verteilung der Stromfeldlinien dar. Es geht daraus hervor, dass sich an den Kanten wesentlich mehr Feldlinien bündeln und sich damit an diesen Bereichen mehr Schicht abscheidet. Wie stark diese Kantenbildung ist, wird in der Auswertung der Versuche analysiert. Die Reaktionen bei der galv. Metallabscheidung sind in Tabelle 6 aufgeführt.

Tabelle 6 Reaktionen bei der galv. Metallabscheidung

Ort	Nutzreaktion	Nebenreaktion
Anode (Oxidation)	$\text{Me} \rightarrow \text{Me}^{n+} + n\text{e}^-$	$\text{H}_2\text{O} \rightarrow 1/2\text{O}_2 + 2\text{e}^- + 2\text{H}^+$
Kathode (Reduktion)	$\text{Me}^{n+} + n\text{e}^- \rightarrow \text{Me}$	$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$

Diese Reaktionen beziehen sich nur auf das Legierungselement Nickel, weil es ein Metall ist. Wie sich das Nichtmetall Phosphor abscheidet, ist nur dem Hersteller bekannt. Denkbar wäre das sich eine phosphorhaltige Verbindung reduziert ähnlich wie beim chemischen Verfahren ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 + [\text{H}] \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{NaOH} + \text{P}$). Die für die Reduktion nötigen Wasserstoffatome könnten die Produkte der Kathodennebenreaktion liefern. Diese These wird nicht untersucht und bleibt ein Betriebsgeheimnis der Firma Umicore.

4.1 Möglichkeiten des Elektrolyten NIPHOS966®

Durch die Abscheidung auf einer elektrochemischen Basis ergibt sich die Möglichkeit, Schichten mit unterschiedlichen Phosphorgehalten zu bilden. Das Prinzip beruht auf der Variation von pH-Wert und Stromdichte.

Durch einen hohen pH-Wert senkt sich der Einbau des Phosphors in die Schicht und steigert sich die Stromausbeute. Zudem steigert ein niedriger pH-Wert den Phosphoreinbau. Bei der Stromstärke verhält es sich ebenso, eine hohe Stromdichte senkt den Einbau von Phosphor in der Schicht. Durch eine Reduktion der Stromdichte wird der Phosphorgehalt in der Schicht gesteigert.

Welche genauen Werte für Stromdichte und pH-Wert eingestellt werden müssen, ist noch unbekannt. Versuche in diese Richtung würden aber den Rahmen dieser Arbeit übertreffen.

5 Versuchsplan

Um sämtliche, grundlegenden und relevanten Eigenschaften der Schicht zu erfassen wurde ein Versuchsplan aufgestellt. Hierbei ist zu beachten, dass es sich bei den beschichteten Werkstoffen immer um ein Verbundsystem handelt. Im Groben kann man davon ausgehen, dass die Härte und die Duktilität Schichteigenschaften sind. Darüber hinaus sind die Korrosionsbeständigkeit und die Verschleißbeständigkeit Schichtsystemeigenschaften.

5.1 Schichtdicke und Schichtdickenverteilung

Über die Bestimmung der Schichtdicke kann eine Aussage getroffen werden, ob die Schicht den Anforderungen genügt. Fällt diese Prüfung negativ aus, sind weitere Prüfverfahren der Schichten unnötig. Die Definition der Schichtdicke lautet: „ *Die Schichtdicke wird als der Abstand definiert, den die Schnittpunkte der Schnittnormalen mit den beiden Grenzflächen aufweisen.*“ (Müller, 2011/20012)

Des Weiteren unterscheidet man zwischen ,wahrer, scheinbarer, minimaler und mittlerer Schichtdicke. Die zuletzt aufgeführte mittlere Schichtdicke ist eine physikalische Messgröße. Auf diese beziehen sich alle Messungen, sie setzt sich aus dem Mittelwert der wahren Schichtdicke über eine erfasste Fläche zusammen.

Die einsetzbaren Verfahren zur Auswertung von Schichtdicken sind ebenso vielfältig, wie die erzeugbaren Schichten. Die folgenden drei Messverfahren sind in der Qualitätssicherung der AHC Gruppe etabliert und wurden zum Vergleich der beiden Applikationssysteme verwendet.

5.1.1 Das Wägeverfahren oder die theoretische Bestimmung der Schichtdicke

Das Wägeverfahren findet bei der chemischen Beschichtung zwei Einsatzgebiete: Für die Bestimmung der Abscheidegeschwindigkeit und zum Nachweis der auf ein Werkstück applizierten Schichtstärke. Der Nachweis der applizierten Schichtdicke erfolgt über ein zum Werkstück parallel mit beschichteten Probepüttchens.

Die theoretische Bestimmung der Schichtstärke ist, durch die Verwendung der in Tabelle 7. aufgeführten Formeln, möglich.

Tabelle 7 theoretische Schichtstärke

DNC Schicht	NIPHOS Schicht
$d_s = \frac{m_G - m_{sub}}{A_s \cdot \rho_s}$	$d_s(\mu m) = \frac{m_G - m_{sub}}{A_s \cdot \rho_s}$
$\rho_s = 7,9-8,2 \text{ g/cm}^3$	$\rho_s = 7,8 \text{ g/cm}^3$

In der Tabelle 7 verwendete Abkürzungen sind wie folgt:

d_s	Schichtdicke
m_G	Gesamtmasse
m_{sub}	Substratmasse
A_s	Fläche des beschichteten Bauteils
ρ_s	Dichte der Schicht

Vergleicht man diese Formeln miteinander, ergibt sich ein Unterschied in der Dichte (ρ) der Schicht. Diese ist unter Anderen vom Phosphorgehalt der Legierung abhängig. Inwiefern ein Einsatz dieses Messverfahrens bei der galvanischen Schichtabscheidung möglich ist, wird im Kapitel 5.2 betrachtet.

5.1.2 Schichtdickenmessung mit mikroskopischen Verfahren

Einführend muss erwähnt werden, dass es sich bei diesen Verfahren um eine zerstörende Werkstoffprüfung handelt. Eine weitere Verwendung des Prüfkörpers ist im Anschluss nach Verfahrensanwendung nicht möglich. Zur Bestimmung der Schichtdicke unter dem Mikroskop wird die DIN EN ISO 1463 angewandt.

Die Prüfung einer Schichtdicke mittels Mikroskopie ist sehr zeitintensiv. Allein die Präparation der Proben benötigt viel Zeit. Zudem führen Fehler in der Präparation der Probe zu Messfehler, welche die Schichtdicke verfälschen. Beispielsweise resultiert eine Schräglage der Querschnittfläche von 10° in einem Messfehler von 1,5%. (DIN, DIN EN ISO 1463, 2004)

Der Einsatzgrund dieses Verfahrens ist der qualitative und quantitative bildhafte Vergleich des komplexen Schicht-Substrat Verbund im Querschliff. Eine Auswertung der Schichtdicke ist über eine indirekte Messung mittels Software möglich. Im Gegensatz zu anderen Verfahren können nahezu alle Schichtdicken bestimmt werden. Zudem kann an diesen Querschliffen auch die Mikrohärtigkeit bestimmt werden.

5.1.3 Röntgenfluoreszenz Verfahren

Mit dem Röntgenfluoreszenzverfahren ist es möglich, relativ schnell und einfach die Schichtdicke zu bestimmen. Für einfache Prüfungen der Schichtdicken benötigt man kein hochqualifiziertes Personal, zudem ist das geprüfte Werkstück weiterhin einsetzbar, da es sich um eine zerstörungsfreie Werkstoffprüfung handelt.

Das Verfahren beruht auf einer kombinierten Wechselwirkung einer oder mehreren Schichten mit dem Grundwerkstoff. Wird ein Bauteil in der Messfläche mit dem Primärstrahl angeregt, kommt es im Atom zu Wechselwirkungen, die eine Sekundärstrahlung erzeugen. Diese entstehenden Strahlungen weisen elementspezifische Charakteristika auf, welche eine Zuordnung mittels eines Detektors ermöglichen. Die verfügbare Rechentechnik ermöglicht dann eine Bestimmung der genauen Schichtdicken.

Ein wesentlicher Nachteil dieses Verfahrens liegt in der Begrenzung der auswertbaren Schichtdicken. Die Auswertbarkeit ist erreicht, wenn es zur Sättigung kommt. Ab der Sättigung können keine elementspezifischen Sekundärstrahlungen des Substrats detektiert werden, da die Schichtdicke zu stark ist.

5.2 Mikrohärtte im abgeschiedenen Zustand und nach verschiedenen Wärmebehandlungen

Die Härte ist wie folgt definiert: Die Härte ist der Widerstand eines Werkstoffes gegen das Eindringen eines härteren Körpers. Dies setzt voraus, dass der eindringende Körper eine definierte geometrische Form besitzt und mit einer definierten Prüfkraft F gearbeitet wird. Es wird zwischen Makrohärte und Mikrohärtte unterschieden.

Die Makrohärte ist unabhängig von der Prüfkraft, es handelt sich bei ihr um eine Materialkonstante. Ein Nachweis der Schichthärte über die Makrohärte ist nicht sinnvoll, da die zu prüfende Oberfläche meist eine geringere Stärke, als der Prüfkörper aufweist.

Die Härteprüfungen von Schichten erfolgt über die Mikrohärtprüfung an Querschliffen unter dem Mikroskop. Im Gegensatz zur Makrohärte ist die Mikrohärtte prüfkraftabhängig. Die Kraft, mit der geprüft wurde, muss in der Einheit mit angegeben werden (Kanani P. D.-I., 2007). Beispielsweise kann die Angabe wie folgt aussehen: 333 HV 0,05/15. Beschrieben ist eine Härte von 333 Vickers bei einer Prüfkraft von 0,05N (Newton) und einer Belastungsdauer von 15 sec.

5.3 Korrosionsschutz

Die Eigenschaften zum Schutz vor der Korrosion des Substrats geben Rückschlüsse auf die technische Einsetzbarkeit einer Schicht. Der Nachweis der Korrosionsbeständigkeit wird mit den genormten Verfahren „Korrosionsprüfung in künstlichen Atmosphären-Salzsprühnebeltest“ (DIN EN ISO 9227) und der „Prüfung Kondenswasser Wechselklima mit schwefeldioxidhaltiger Atmosphäre“ (DIN 6988) durchgeführt.

Der Salzsprühnebeltest unterteilt sich nochmals in verschiedene Varianten:

- Neutrale Salzsprühnebelprüfung (NSS-Prüfung)
- Essigsäure-Salzsprühnebelprüfung (AASS-Prüfung)
- kupferbeschleunigte Essigsäure-Salzsprühnebelprüfung (CASS-Prüfung).

Die zuletzt erwähnte kupferbeschleunigte Prüfung findet in der Versuchsreihe keine Anwendung, sie wurde der Vollständigkeit erwähnt. Der Grund für den Ausschluss dieses Prüfverfahren ist, dass keine Vergleichswerte für chemische Nickel-Phosphor-Schichten in der AHC-Gruppe vorliegen.

5.3.1 Salzsprühnebeltest (DIN EN ISO 9227)

Bei diesem Testverfahren wird eine künstliche Atmosphäre simuliert, die dem Meeres- und Küstenklima entspricht. Die Simulation erfolgt durch ein Besprühen der Prüflinge mit einer 5% Natriumchloridlösung. Die Temperatur beträgt $25\pm 2^{\circ}\text{C}$, der pH-Wert liegt bei 6,5 - 7,2.

Dieser Test ist aggressiver als die natürliche Meeresluft, um die Testzeiten zu verringern. Eine noch stärkere Straffung der Testzeiten erhält man durch den Einsatz des essigsauren Salzsprühnebeltestes. Bei diesem Test wird der pH-Wert mittels Essigsäure auf die Werte von 3,1 – 3,3 reduziert. Folglich ist das Prüfmedium ist noch aggressiver, Resultate werden kurzfristiger registriert. Allerdings sind die korrosiven Angriffe unterschiedlich einzuschätzen.

5.3.2 Kondenswasser-Wechselklima-Test mit schwefeldioxidhaltiger Atmosphäre

Dieser Test wird auch als KESTERNICH-Test bezeichnet. Es wird ein industrielles Klima erzeugt. Dies geschieht durch Zugabe eines definierten Volumens an Schwefeldioxid. Die genaue Anleitung zur reproduzierbaren Nutzung dieses Versuchssystems befindet sich in der DIN EN ISO 9688.

Ein Unterschied zu den oben erwähnten Tests ist die Bezeichnung der Verfahrensergebnisse. Anstatt in Stunden, werden diese in Zyklen angegeben. Eine Zyklusdauer beträgt 24h. Durch dieses Prüfverfahren ist sowohl die Beurteilung der Wirksamkeit des Korrosionsschutzsystems, als auch das Erkennen der von Fehlern in der Schicht möglich.

5.4 Verschleißprüfung und tribologische Eigenschaften von galvanisch erzeugten Nickel-Phosphor Schichten

Neben dem Korrosionsschutz sind günstige tribologische Eigenschaften der Schichten von Bedeutung. Aus wirtschaftlicher und technischer Sicht ist die Reduzierung der Energieumwandlung durch Reibung, sowie der verschleißbedingte Materialverlust ein Einsatzgrund für funktionelle Schichten. Die Ermittlung der Kennwerte erfolgt mit Hilfe der Testverfahren ‚Stift-Scheibe-Tribometer‘ und ‚Taber-Abraser-Verfahren‘.

5.4.1 Stift-Scheibe-Tribometer

Mit dem Stift-Scheibe-Tribometer werden die Kennwerte Reibungszahl, Verschleißvolumen und Rautiefenänderung ermittelt. Um die Reproduzierbarkeit dieser Prüfungen zu gewährleisten erfolgt die Prüfung unter der Anwendung der ASTM G99-05.

Dieser Stift-Scheibe-Tribometer ist wie folgt aufgebaut: Ein Stift (Prüfkörper) wirkt auf die Planfläche einer rotierenden Scheibe (Prüfling). Ein Drehmomentmesser, welcher Antriebsseitig montiert ist, detektiert das erzeugte Drehmoment. Mit Hilfe des Drehmoments wird die Reibungszahl ermittelt.

Die folgenden Versuchsparameter können variiert werden: Die Anpresskraft des Stiftes, Länge des Versuchsweges, Drehgeschwindigkeit der Scheibe, Prüfflächenform des Stiftes (plan oder gewölbt), Probenumgebung (Einfluss von Vakuum oder Gasen) und die Temperatur der Scheibe (Prüfling). (AHC Oberflächentechnik, 4. erweiterte Auflage 1999)

5.4.2 Taber-Abraser-Verfahren

Mit dem Taber-Abraser-Verfahren ist es möglich, Werte für das Verschleißverhalten zu gewinnen. Bei diesem Prüfverfahren rotiert der Probenkörper mit einer konstanten Drehgeschwindigkeit, wobei der Probenkörper mit 2 Reibrollen mit Kraft einer von 10N belastet wird. Die einsetzbaren Reibrollen tragen die Produktbezeichnung H10 oder CS10. Sie wirken unterschiedlich auf die Oberfläche ein und bewirken verschiedene Ergebnisse für die gleiche Schicht. Um einen Vergleich zwischen zwei Schichten zu erzielen, müssen die verwendeten Reibrollen gleich sein. Mit der Angabe der verwendeten Reibpaarung wird das Resultat der Messung als

Versuchsplan

Masseverlust in mg pro 1000 Umdrehungen angegeben. Weitere Möglichkeiten zur Auswertung dieses Versuchsverfahrens sind in der Norm ASTM D 4060 aufgeführt. In ihr sind alle verfahrensrelevanten Parameter aufgeführt, die im Messprotokoll aufgeführt werden (AHC Oberflächentechnik, 4. erweiterte Auflage 1999).

6 Auswertung der Versuche

In diesem Kapitel werden die Versuche ausgewertet, sowie Erfahrungen aus dem Umgang mit dem Elektrolyten aufgeführt.

6.1 Ergebnisse aus der Elektrolytkontrolle

Dieses Kapitel setzt sich mit den Ergebnissen der analytischen Kontrolle des verwendeten Elektrolyten auseinander. Routinemäßig wurden die Konzentrationen der Legierungselemente und der pH-Wert kontrolliert. Die Kontrolle der Badinhaltsstoffe erfolgte über Titration nach Arbeitsanweisung¹. Aus den Messdaten ergaben sich dann folgende Ergebnisse, diese werden in der Tabelle 7 für den Zeitintervall von 1069 Ah bis 1620 Ah widergegeben.

Tabelle 8 Elektrolytkontrolle

Amperestunden [Ah]	pH-Wert	Nickel Konz. [g/l]	Phosphor Konz. [g/l]	Nachdosierung
1069	2,6	79	20,48	Ergänzung 1 l, 0l, Glanzzusatz 50 ml
1095	2,6	78	30,2	
1115	2,57	78	29,41	
1220	2,59	77,8	21,98	
1320	2,6	80,1	21,6	
1420	2,62	77,9	21,2	
1520	2,6	77,9	21,05	
1620	2,58	80	19,96	

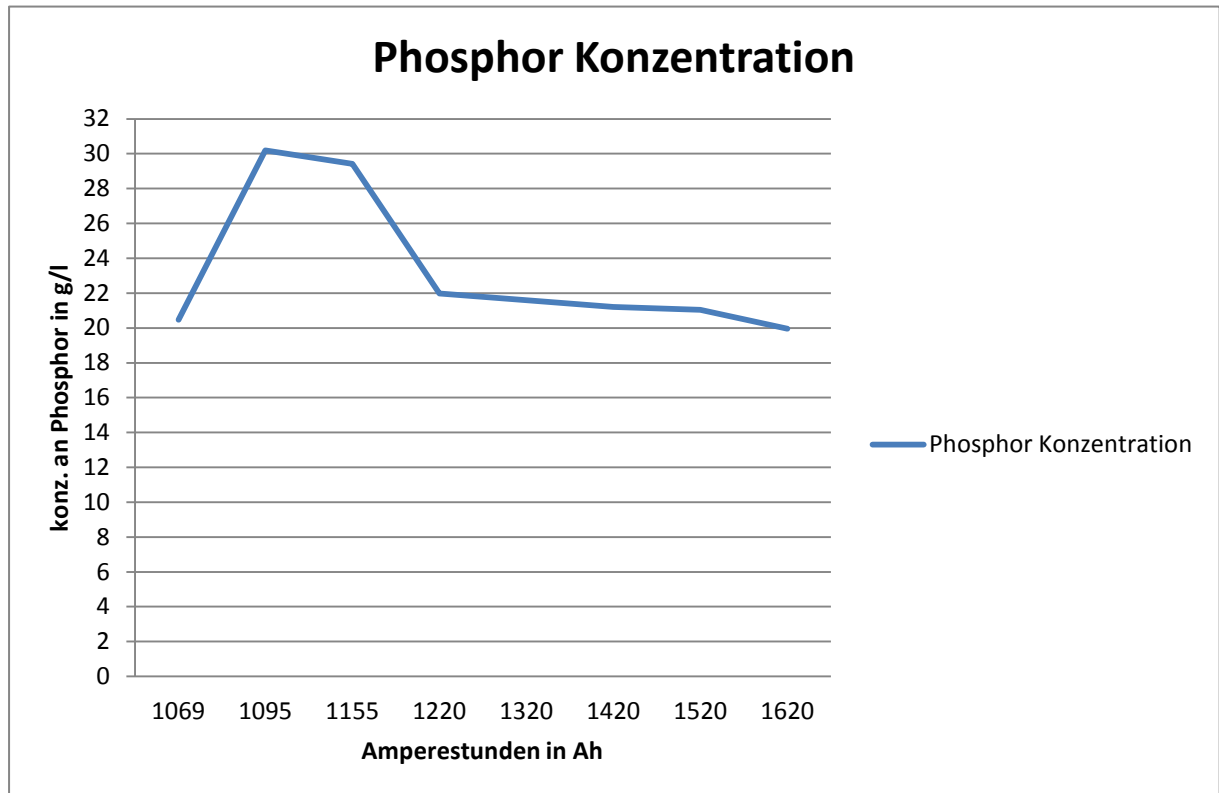
Aus den Messwerten geht hervor, dass der pH-Wert des Elektrolyten im Betrieb stabil bleibt. Zudem ist ersichtlich, dass die löslichen Nickelanoden gleichbleibend in Lösung gehen und somit die Nickelkonzentration im Elektrolyt stabil ist. Die stabile Konzentration des Phosphors stellt eine schwierigere Aufgabe da.

Phosphor ist ein Nichtmetall mit der Ordnungszahl 15 und steht in der 5. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente. Dieses Element muss nachdosiert werden, da es nicht die Eigenschaft besitzt, über die Anodennutzreaktion in Lösung zu gehen, wie es zum Beispiel bei dem Einsatz von löslichen Nickelanoden der Fall ist. Die Anodennutzreaktion wird beschrieben als: $\text{Me} \rightarrow \text{Me}^{n+} + n\text{e}^-$.

¹ Titrationsanleitung befindet sich im Anhang A1

Da die Oxidation der Ausgangsstoffe auf Metalle begrenzt ist, erklärt sich warum das Legierungselement Phosphor zu dosiert werden muss. Diese Zugabe des Phosphors erfolgt über NIPHOS[®]966 Ergänzungslösung 1, welche eine Phosphorkonzentration von 25g/l enthält.

Abbildung 2 Phosphor Konzentration im Elektrolyt



Die Abbildung 2 verdeutlicht die Konzentration des Phosphors im Elektrolyt. Nach einer routinemäßigen Badinhaltsstoffanalyse bei 1066Ah wurde eine Phosphorkonzentration von 20,4g/l ermittelt.

Nach der Zugabe von 1l NIPHOS[®]966 Ergänzungslösung 1 und 120 ml NIPHOS[®]966 Glanzzusatz 1 stieg die Konzentration des Phosphors auf 30g/l.

Im Verlauf fiel die Konzentration von 29,4g/l kurzzeitig stark auf 22g/l mit einem anschließenden moderaten Verbrauch des Legierungselements. Warum sich der Verlauf so darstellt, konnte in diesem Rahmen nicht geklärt werden. Im Allgemeinen ist die Zugabe der Ergänzungslösung 1 schwierig, da der Hersteller des Elektrolyten in der verwendeten Arbeitsanleitung eine Phosphorkonzentration von 25 g/l für die Ergänzungslösung 1 angibt((A2) Arbeitsanleitung Seite 1 von 4 Badergänzung). Nutzt man diese Angabe als Grundlage für die Berechnung des benötigten

Volumens, um das Bad auf die Soll-Phosphorkonzentration anzuheben, benötigt man ein Volumen von 29,44l NIPHOS®966 Ergänzungslösung 1 (A3 Rechnung). Dies widerspricht auch den Angaben der benötigten Zugabe Mengen an Ergänzungslösung 1 und Glanzzusatz.

Mit der zusätzlichen Angabe: *“Während des Arbeitens werden NIPHOS® 966 Ergänzungslösung 1 und Glanzzusatz 1 verbraucht. Der Verbrauch ist von mehreren Faktoren abhängig und von Fall zu Fall verschieden. Unter normaler Belastung können folgende Richtwerte gelten:*

Verbrauch pro 1.000 Ah (ca. 500g Legierung)

NIPHOS®966 Ergänzungslösung 1: 2 - 2,5 l

NIPHOS®966 Glanzzusatz 1: 0,1 - 0,2 l

Je nach Ausschleppverlusten.“ (GmbH, 2010)

Mit diesen Angaben ist es schwierig, den Phosphorgehalt im Elektrolyten zu steuern. Es kommt erschwerend hinzu, dass die Titration auf den Phosphorgehalt sehr zeitaufwendig ist. Der Elektrolyt muss von der Betriebstemperatur auf Raumtemperatur abkühlen und vor der Titration 15-20min im Dunkeln stehen. Eine Reduzierung der Nachweisdauer des Phosphors ist mittels Röntgenfluoreszenzverfahren und geeigneter Elektrolytpräparation möglich.

Ein weiterer Stoff; der nachdosiert wird; ist der NIPHOS® Glanzzusatz 1: Über dessen Konzentration ist, außer die schon im Vorfeld angegebenen Werte, nicht viel bekannt. Der Zusatzstoff hat eine maßgebliche Auswirkung auf die Streufähigkeit und die Glanzbildung des Elektrolyten. Eine Überdosierung führt zu einer geringeren Phosphoreinlagerung in der Schicht. Ein Mangel des Glanzzusatzes führt dagegen zur Porenbildung und matter Abscheidungen in den Arbeitsbereichen mit niedriger Stromdichte. Aus diesen Gesichtspunkten heraus, wäre eine Kontrolle über die Zugabemengen an Glanzbildner vorteilhaft.

6.2 Ermittlung der prozentualen Legierung Zusammensetzung

Wie bereits im Kapitel 3 angeführt, hat der Phosphorgehalt einem starken Einfluss auf die Schichteigenschaften. Auf Grundlage dieses Wissens ist ein wesentlicher Schritt vor der weiteren Beurteilung der Legierung, genau zu wissen, wie sich die Schicht zusammensetzt.

Mit Hilfe der Massenspektroskopie ist es möglich, die prozentuale Schichtzusammensetzung zu ermitteln. Der Messwert ist der Mittelwert aus 4 Messungen mit zwei unterschiedlichen Verdünnungen. Die Messwerte sind in Tabelle 9 dargestellt.

Tabelle 9 Messwerte Massenspektroskopie

	Phosphor [%]	Nickel [%]	Summe [%]
NIPHOS®966	11,7 ± 0,1	88,3 ± 0,5	100
DNC 571	9,8 ± 0,1	85,4 ± 0,7	96

Bei den verwendeten Verfahrensparametern², Stromdichte von 4A/dm² und einem pH-Wert von 2,6 bildet sich eine hochphosphorhaltige Schicht. Dies entspricht auch den Angaben des Elektrolytherstellers, der den Phosphorgehalt mit ca. 12% angibt.

² Die Bedeutung dieser Parameter wurde im Kapitel 3.2 erläutert

6.3 Schichtdicke und Schichtdickenverlauf

Im Verlauf dieses Abschnittes wird einer der größten Nachteile von galvanischen zu chemischen erzeugten Schichten deutlich: Der Schichtdickenverlauf.

Die grundlegenden, theoretischen Unterschiede der Abscheidungsmechanismen sind im Abschnitt 3.1 erläutert. Wie stark sich die vermehrte Schichtbildung an den Kanten auswirkt, wird mittels verschiedener Verfahren analysiert. Wie bereits angeführt ist die Stärke der Schichtbildung in galvanischen Verfahren von der Werkstückgeometrie und deren Anordnung zu den Anoden abhängig. Die wichtigsten Probenparameter sind in der Tabelle 10 aufgeführt

Tabelle 10 Parameter der Proben

Werkstoff	Aluminiumlegierung
Maße des Probekörpers	Länge L = 116 mm Breite B = 48 mm Stärke T = 2 mm $A_S = 1,179 \text{ mm}^2$

Für die Auswertung des Verlaufs der Schichtstärke wurde hauptsächlich das Röntgenfluoreszenzverfahren und die Metallographie verwendet.

Wie im Abschnitt 4.2 bereits erläutert, ist das Röntgenfluoreszenzverfahren für die Darstellung des Schichtenverlaufes gut geeignet. Die folgenden Diagramme stellen die Schichtdickenverteilung der beiden Abscheidungssysteme über die Breite des Probekörpers dar. Die Messwerte sind über den Verlauf der blauen Linie aufgenommen, die in der Abbildung 3 dargestellt ist.

Abbildung 3 Abbildung des Probekörpers

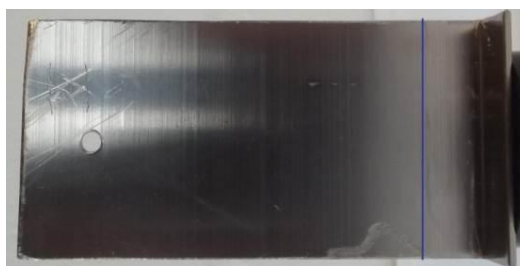


Abbildung 4 Schichtdickenverlauf bei 5µm

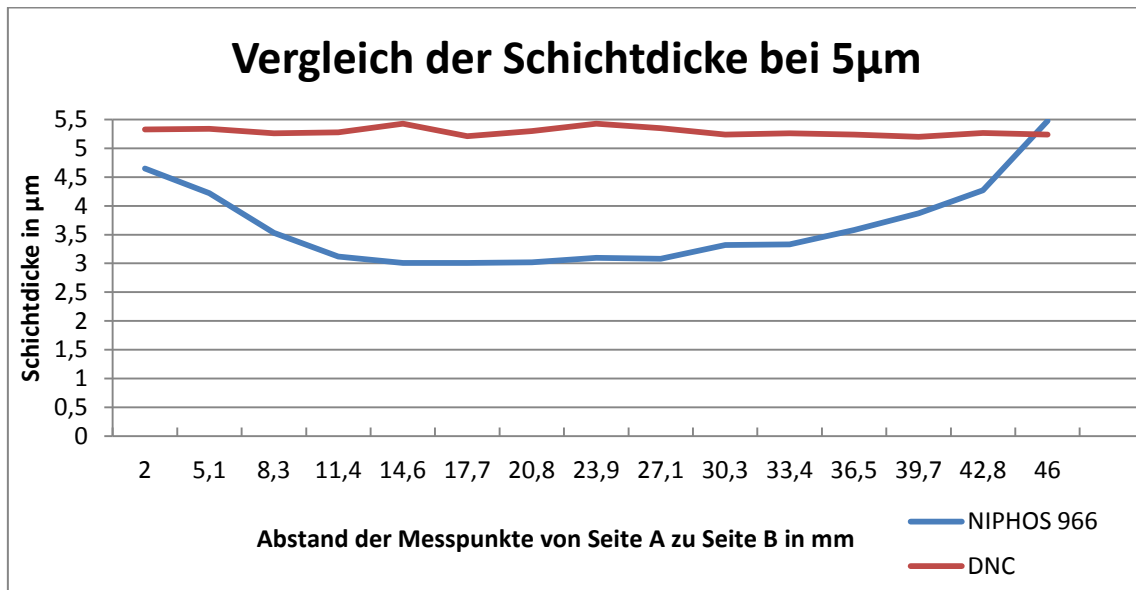
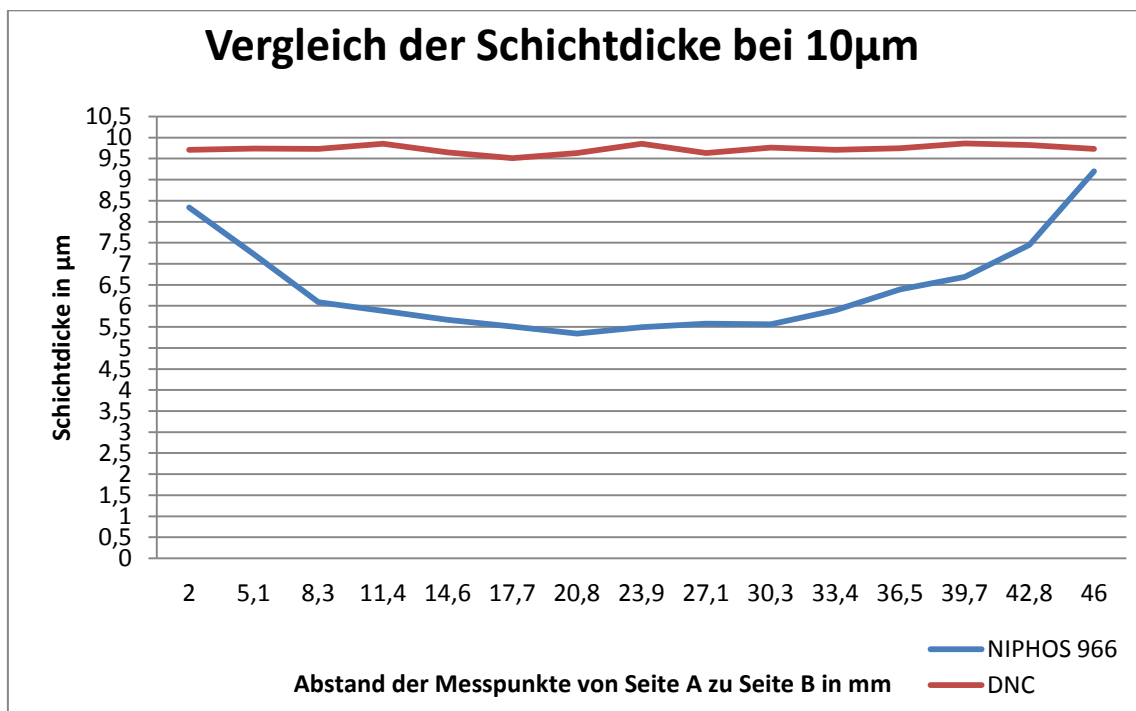


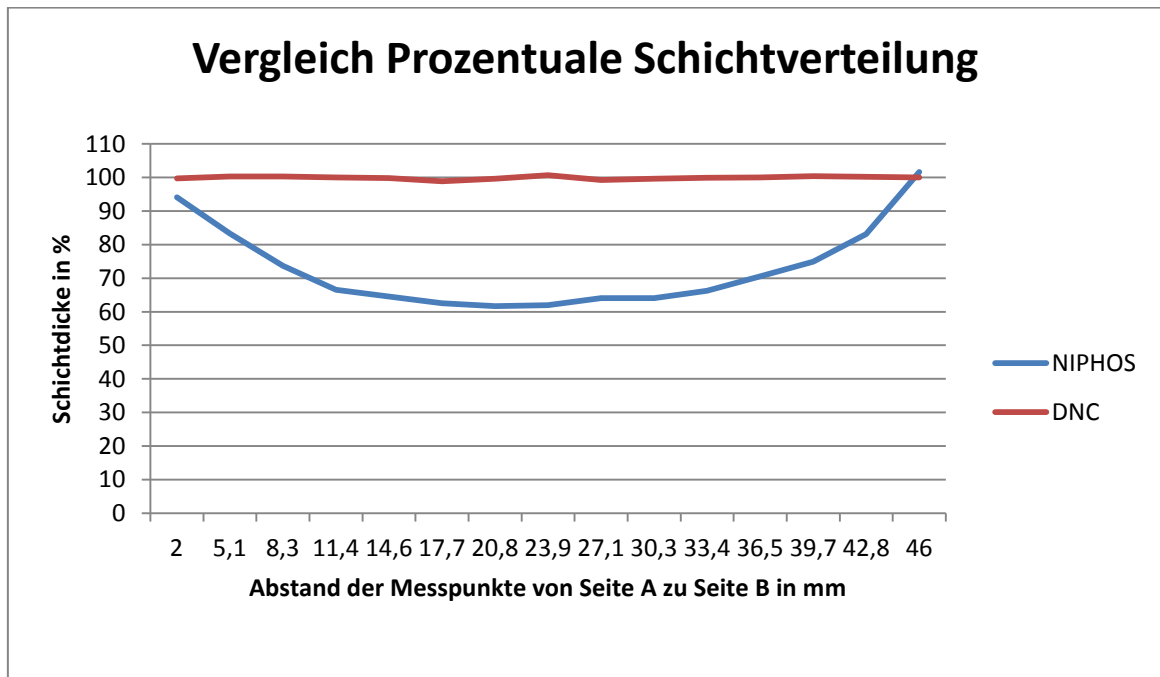
Abbildung 5 Schichtdickenverlauf bei 10 µm



Betrachtet man die Abbildung 4 und 5, fällt auf, dass die Schichtdicke der chemischen DNC Schicht sehr gleichmäßig verläuft. Es gibt zwar minimale Schwankungen im Bereich von 0,5 µm, diese sind allerdings so gering, so dass sie keine Bedeutung haben.

Im Vergleich ergibt sich bei der galvanischen NIPHOS[®] Schicht ein Schichtdickenverlauf, der typisch für galvanisch erzeugte Schichten ist: Ein vermehrter Schichtaufbau in der Nähe der äußeren Kanten mit einer Verjüngung zur Werkstückmitte hin.

Abbildung 6 Prozentuale Verteilung der Schichtdicke



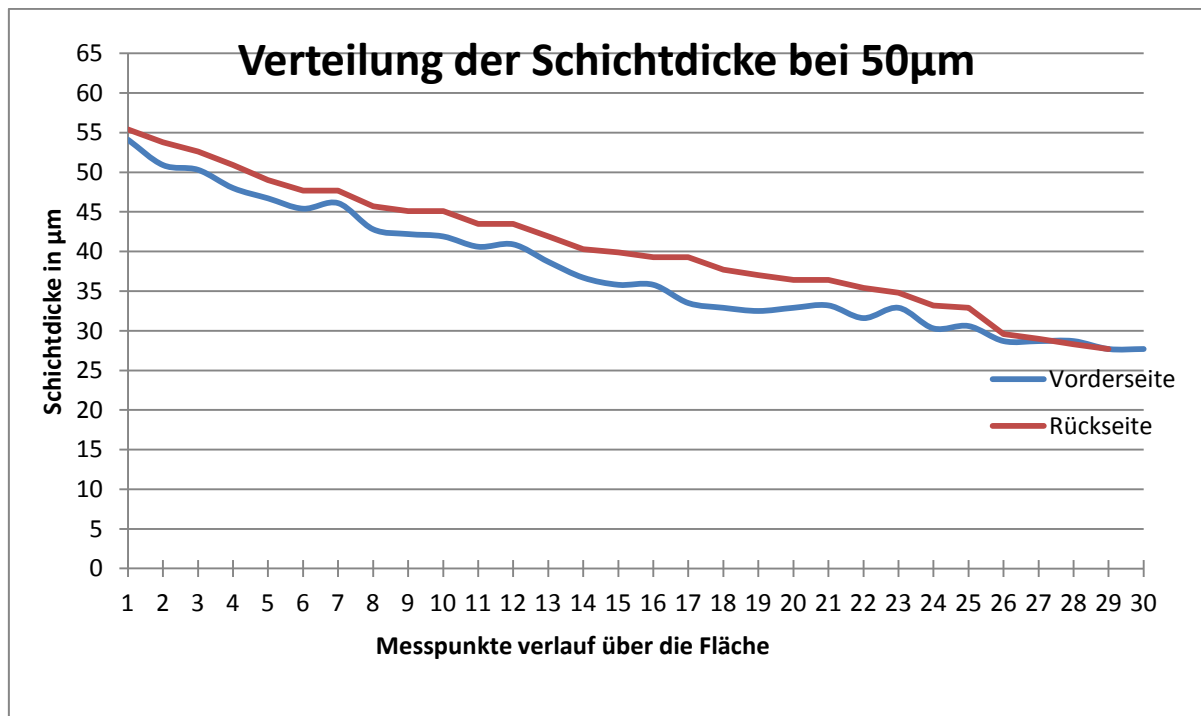
Auf Grundlage dieser Daten wurde für Schichtendicken bis 10µm wurde die Abbildung 6 erstellt. In dem Diagramm ist die prozentual erreichte Schichtdicke im Bezug auf den Abstand zwischen den beiden äußeren Kanten aufgetragen. Die erzielte Schichtdicke sollte bei 100% liegen. Die gleichmäßige Schichtdicke der DNC Schicht ist, auf Grund der verfahrenstechnischen konturengetreuen Schildbildung, kaum überraschend. Wesentlich interessanter ist die NIPHOS[®] Schicht: Es wird deutlich, dass in der Mitte des Bauteils nur ca. 60% der geforderten Schichtdicke erreicht werden.

Wie stark sich die Verjüngung mit steigender Schichtstärke ausprägt, werden die folgenden Untersuchungen belegen. Eine weitere Auswertung mittels Röntgenfluoreszenzverfahren ist nicht möglich, da die Sättigung erreicht ist und keine Messwerte mehr aufgenommen werden können.

Die folgenden Messwerte wurden über ein Mikroskop mit Hilfe der Software Image Access ermittelt. Die Abbildung 7 stellt den Schichtdickenverlauf einer 50 μm starken Schicht dar. Der Verlauf wurde bis zur Mitte des Werkstückes aufgenommen. Wie in den vorherigen Diagrammen setzt sich der Trend fort, in Bauteilmitte wird nur ca. 50-60% der Sollschichtstärke erreicht. Zudem ist eine Schwankung der Schichtdicke zwischen den beiden Seiten auffällig.

Die Ursache liegt in der Geometrie und im gleichmäßigen Abstand zwischen Kathode und Anode. Die Geometrie des verwendeten Probekörper ist identisch zu der Abbildung (3). Die L-Form des Bauteils bewirkte eine geringere Schichtabscheidung auf der Vorderseite, dies verdeutlicht nochmals den Einfluss der Bauteilgeometrie auf die abgeschiedene Schichtdicke.

Abbildung 7 Verteilung der Schichtdicke bei 50 μm



Die folgende Tabelle 11 stellt eine Auswahl³ der Messergebnisse für die Schichtdicken von 20-200 μm zusammen. Bei der Auswertung wurden lediglich Messpunkte an den Rändern und in der Mitte betrachtet. Durch diese stichprobenartige Messung kommt es zu den extremen Schwankungen der Messwerte. Mit dem Wissen aus den vorherigen Messungen lassen sich die Schwankungen in der Schichtdicke der einzelnen Messpunkte erklären.

³ Im Anhang A5 befinden sich die Messprotokoll für die Schichten von 20 – 200 μm .

Tabelle 11 Ergebnisse der Schichtdicken Untersuchungen

Sollschichtdicke in μm	Messpunkt 1 Schichtdicke in μm	Messpunkt 2 Schichtdicke in μm	Messpunkt 3 Schichtdicke in μm
20 μm	30,3	14,24	19,32
20 μm	20,8	11,22	14,62
30 μm	21	17,7	19,94
30 μm	26,8	14,28	25,66
50 μm	36,48	29,4	35,76
50 μm	59,82	42,52	44,08
200 μm	176,54	140,06	154,24
200 μm	117,08	106,52	142,44

Die Messwerte bei der Schichtdicke von 200 μm sind am auffälligsten. Kein nachgewiesener Messwert ist nur annähernd im Bereich der Sollschichtdicke. Einen weiteren Hinweis, dass es anscheinend nicht möglich ist, diese Schichtdicke bei den eingestellten Arbeitsparametern zu erreichen, gibt auch das Wägeverfahren. Es wurde zusätzlich bei jeder Probenbeschichtung ausgeführt. Die durchschnittliche Schichtdicke bei 5 Proben liegt bei $181\mu\text{m}^4$. Durch den vermehrten Schichtaufbau an der Kante veränderte sich die Verteilung der Stromfeldlinien zu den Bereichen, die einen geringeren Abstand zur Anode besitzen. In diesen Bereichen ist der Kantenaufbau mittels Tasten erkennbar. Daraus folgt, dass ohne einen zusätzliche Einbau von Blenden, Hilfsanoden und Hilfskathoden eine Realisierung der gewünschten Schichtdicke nicht möglich ist.

⁴ Der komplette Nachweis befindet sich im Anhang A4

6.4 Rückschlüsse, die sich aus Ergebnissen aus den Schichtverlauf ergeben

Wie im Abschnitt 4.2 bereits beschrieben, sind die Auswertmöglichkeiten für die Verteilung der Schichtdicke sehr vielfältig. Die drei ausgewählten Messverfahren sind die standardisierten Messverfahren, die in der AHC- Gruppe zur Qualitätssicherung bei chem. NiP Schichten hauptsächlich eingesetzt werden. Ein Vergleich dieser Messverfahren gibt Aufschluss über deren Einsatzfähigkeit zur Sicherung der Qualität im Bereich galv. NiP.

Das Wägeverfahren ist zum Nachweis der Schichtdicke ungeeignet. Es werden zwar Werte gewonnen welche Rückschlüsse auf die abgeschiedene Masse geben, aber es wird nicht deutlich, wie diese Masse verteilt ist. Es werden lediglich Anhaltspunkte festgestellt.

Das Röntgenfluoreszenzverfahren ist bis zur Sättigung geeignet, um die Schichtdicke zerstörungsfrei nachzuweisen.

Durch das Messen an Querschliffen unter dem Mikroskop ist eine Abbildung der Schichtverteilung nur auf eine sehr begrenzte Fläche möglich. Außerdem ist das Werkstück zerstört.

Wie aus der Auswertung hervorgeht, schwanken die Schichtdicken stark in der Abhängigkeit vom Messort. Es muss genau definiert werden, an welcher Stelle welche Mindestschichtdicke vorhanden sein muss. Sollte dieser Elektrolyt zum Einsatz kommen, ist zusätzlich die Überarbeitung der Maßnahmen zur Qualitätssicherung erforderlich.

6.5 Struktureller Aufbau der Schicht

Nickel-Phosphor Schichten besitzen einen lamellaren Aufbau, der parallel zur Substratoberfläche verläuft. Somit gehört diese zu dem Schichtwachstumstyp ‚unorientierter Dispersionstyp‘, genauer einer Sonderform dieses Typs.





Die Entstehung der Lamellen ist auf Schwankungen der Phosphorkonzentration an der Grenzfläche zwischen Elektrolyt und Substrat zurückzuführen. Durch die Schwankung des pH-Wertes an der Grenzfläche zum Elektrolyten scheiden sich Schichten mit unterschiedlichen Phosphorgehalten ab. Durch das Ätzen der Schicht werden die Schichtebenen mit geringeren Phosphorgehalten stärker geätzt, als die Ebenen mit den höheren Phosphorgehalten. So stellen sich unter dem Lichtmikroskop unterschiedlich gefärbte Schichten dar, welche den lamellaren Charakter der Schicht verdeutlichen. Zum Ätzen der Schicht wurde die Ätzlösung nach Speckhardt⁵ verwendet. Die Resultate für die ca. 30µm starken Schichten sind in der Tabelle 12 dargestellt, die Bilder wurden mit 500-facher Vergrößerung aufgenommen.

⁵ Zusammensetzung der Ätzlösung nach Speckhardt für 100 ml

- 17 ml VE Wasser
- 65 ml Salpetersäure konz. 65%
- 18 ml Konz. Essigsäure

Auswertung der Versuche

Tabelle 12 Darstellung der geätzten Querschliffen

NIPHOS® 966	DNC 571
Einwirkzeit: 40 sec.	Einwirkzeit: 40 sec.
	
Einwirkzeit: 240 sec.	Einwirkzeit: 240 sec.
	

Es ist auffällig, dass bei einer Einwirkzeit von 40sec kein Nachweis des Schichtaufbaues bei der galvanischen NIPHOS® Schicht möglich ist. Im Gegensatz ist bei der DNC Schicht, ein lamellarer Schichtaufbau zu erkennen. Bei dieser Schicht kam es zu einer Bildung einer zweiten Schicht auf der ersten, eine mögliche Ursache ist die Nachdosierung von Regenerationslösung. Der Aufbau der Schicht ist lamellar und die Schichten sind fein verteilt.

Nach einer Einwirkzeit von ca. 240sec ist der Schichtaufbau bei der galvanischen NIPHOS® Schicht zuerkennen. Die Lamellen der Schicht sind deutlich zu erkennen und fein verteilt. Bei derselben Einwirkzeit ist bei der DNC Schicht ist eine scharfe Abbildung der Oberfläche nicht mehr möglich: Die Probe ist über ätzt. Ob dieses

Phänomen der höheren Beständigkeit gegenüber korrosiven Medien allgemein gilt, wird im Abschnitt Korrosionstest überprüft.

6.6 Auswertung zum Korrosionsschutz

Die Auswertung der Korrosionstests erfolgt nach der DIN EN ISO 10289, in ihr sind die Bewertungskriterien festgehalten. Die Auswertung erfolgt auf den Schutzgrad R_P . Auf Schutzfehler wie z. B. Blasen wird hingewiesen, da sie sich auf den Schutzgrad auswirken. Auf eine optische Bewertung der Fehler auf den Proben wurde verzichtet, da es sich um eine funktionelle nicht um eine dekorative, Schicht handelt. Zudem laufen Nickelschichten an und verfärben sich mit der Zeit.

Die Prüfung für den Schutz auf Korrosion erfolgte mit dem in Kapitel 4.4 aufgeführten Verfahren. Bei der Schichtbewertung sind mehrere Grundsätze zu beachten, um die Vergleichbarkeit der Aussagen gewährleisten zu können. Folgende Schichteigenschaften beeinflussen die Testresultate: Phosphorgehalt, Schichtdicke, Schichtdickenverteilung, innere Spannungen in der Schicht, die Porigkeit sowie andere Schichtfehler, die das Substrat nicht ummanteln. Um einen direkten Vergleich zwischen den beiden Abscheidungssystemen darzustellen, sind die Proben in der gleichen Prüfkammer parallel getestet worden. Als Proben wurde eine DURNI-COAT[®] DNC 571 Schicht mit einem Phosphorgehalt von 9-12% und eine NIPHOS[®] Schicht mit einem Phosphorgehalt von ca. 12% verwendet. Die genutzten Probekörper waren Q-Panels⁶ aus dem gleichen Werkstoff, ihre Schichtstärke beträgt 30 μm .

⁶ Q-Panels sind standardisierte Stahlbleche welche zur Qualitätssicherung und Elektrolyt Überwachung eingesetzt werden.

6.6.1 Neutraler Salzsprühnebelprüfung (NSS-Prüfung)

Bei diesem Test wurden jeweils 5 Proben geprüft. Die Tests laufen über 1000 Stunden oder werden bei dem Erreichen des Wert $R_p = 6$ beendet werden. In der Tabelle 13 sind die erreichten Resultate für alle Prüfkörper zusammengefasst.

Tabelle 13 Auswertung des neutralen Salzsprühnebeltest

Verweildauer [h]	24	48	96	284	356	548	620	716	860	908	1000
Schutzgrad	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p
NIPHOS 1	10	10	10/9	9	9	9	9	9	9	9	9/8
NIPHOS 2	10	10	10	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9
NIPHOS 3	10/9	10/9	10/9	9	9	9	9	8	8	8	8
NIPHOS 4	8	8	8	8	8	8/7	8/7	7	7	6/5	--
NIPHOS 5	10/9	10/9	9	9	9	9	9	9/8	9/8	8	8
DNC 571 1	10	10	10/9	9	9/8	8	8	7	7	7	7
DNC 571 2	10	10	10	9	9	9	9/8	9/8	9/8	9/8	8
DNC 571 3	10	10	10/9	9	9	9	9/8	8/7	8/7	8/7	7
DNC 571 4	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10/9
DNC 571 5	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

Bis auf die NIPHOS Probe 4 erfüllen alle Proben die Anforderungen. Es ist zu beachten, dass im Durchschnitt die chem. NiP Proben eine bessere Beurteilung des Schutzgrades erreicht haben.

6.6.2 Essigsaurer Salzsprühnebeltest (AASS-Prüfung)

Wie bei der NSS-Prüfung werden jeweils 5 Proben von den zu vergleichenden Applikationsverfahren getestet. Bei der Prüfung gibt es keine maximale Zeit zum Abbruch des Prüfverfahrens, es gilt allein das Abbruchkriterium $R_p = 6$.

Tabelle 14 Auswertung des Essigsauren Salzsprühnebeltest

Verweildauer [h]	24	48	72	284	308	380	404	428	548	596	644	716
Schutzgrad	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p	R_p
NIPHOS 1	10	10	9/8	7	7/6	3	--	--	--	--	--	--
NIPHOS 2	10	10	10	9	9	9/8	8	8/7	3	--	--	--
NIPHOS 3	10	10	9	9/8	9/8	8/7	8/7	8/7	3/2	--	--	--
NIPHOS 4	10/9	10/9	9*	8*	5*	--	--	--	--	--	--	--
NIPHOS 5	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9	10/9	7	6	--	--
DNC 571 1	10	10	10	10/9	7	7	7	7	7	7	5/4	--
DNC 571 2	10	10	10	10/9	8/7	8	8	8	7/6	7/6	7/6	5
DNC 571 3	10	10	10	8	8	8/7	8/7	8/7	6	--	--	--
DNC 571 4	10	10	10	10/9	10/9	10/9	9	9	9/8	9/8	8	6
DNC 571 5	10	10	10	9	9	8	8	8	6	--	--	--
* kleine Blasen												

Betrachtet man die erzielten Resultate in der Tabelle 14, stellt sich heraus, dass die DURNI-COAT[®] Schicht in dem sauren Medium wesentlich beständiger sind. 60% der DURNI-COAT[®] Prüfkörper sind mindestens 596 Stunden von dem Medium umgeben, ohne das Abbruchkriterium zu erreichen. Im Gegensatz zur DURNI-COAT[®] Schicht, konnte die NIPHOS Schicht nur 428 Stunden Ihre Schutzfunktion erfüllen. Nach dem Überschreiten dieser Zeit lagen weniger als 60% der Proben innerhalb der Versuchskriterien.

6.6.3 KESTERNICH-Test

Beim KESTERNICH-Test betrug das Volumen des zugeführten Schwefeldioxids 0,2l. Die Resultate sind in der Tabelle 15 zusammen gefasst.

Tabelle 15 Auswertung KESTERNICH-Test

Zyklus	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.	11.	12.	13.	14.
Schutzgrad	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p	R _p
NIPHOS 1	10	10	10	9	9	8	7	7/6	4	--	--	--	--	--
NIPHOS 2	10	10	10	10	10	10	10/9	9	9	9	9/8	9/8	9/8*	8*
NIPHOS 3	10/9	10/9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9/8*	8*
NIPHOS 4	10	10	10	10	10	10	9	9	9	9	9	9	9/8*	9/8*
DNC 571 1	10	10	4	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
DNC 571 2	10	10	5/4	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
DNC 571 3	10	8/7	1	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
DNC 571 4	10	10	6/5	1	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

* Die Bleche zeigte sehr starke Korrosion, was erst nach dem 14. Zyklus auffiel, weshalb der Test beendet wurde.

Die galvanische Schicht hielt der Belastung wesentlich mehr Zyklen im Wechselklima stand als die chem. NiP Schichten⁷. Bei einem Einsatz dieser Schicht in Schwefeldioxid haltiger Atmosphäre wäre die Schicht beständiger als die chem. NiP Schicht. Dies ermöglicht Einsatzgebiete welche bisher von der chem. NiP Schicht nicht abgedeckt werden konnten.

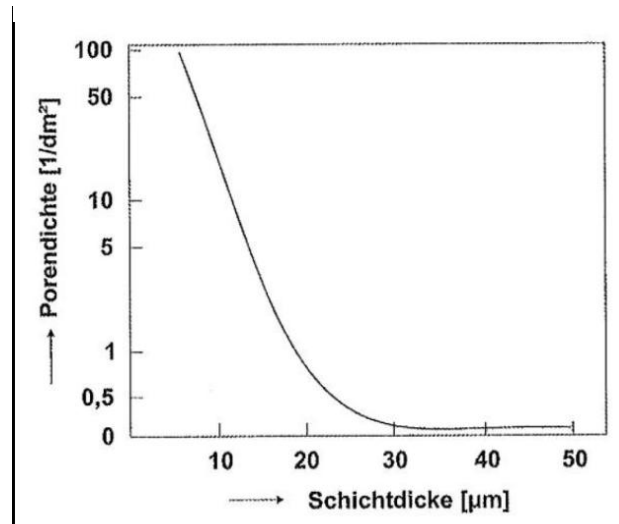
⁷ Die Auswertungsprotokolle befinden sich im Anhang A6

6.6.4 Porendichte

Poren sind Schichtfehler, an der Stelle der einer durchgängigen Pore ist die Schicht nicht geschlossen und das Substrat liegt frei und kann korrodieren. Somit ist die Dichte der Poren ein wichtiges Kriterium, welches einen wesentlichen Einfluss auf die Korrosionsbeständigkeit hat. Dies wurde vorerst noch nicht untersucht.

Bei chem. NiP Schichten kann man davon ausgehen, dass ab einer gewissen Schichtdicke keine durchgängigen Poren zum Substrat auftreten. Diese Aussage ist zur zusätzlichen Unterstreichung in Abbildung 8 dargestellt. Ob diese Aussage auch bei galv. Schichten zutrifft, müssen weitere Untersuchungen belegen.

Abbildung 8 Porendichte in Abhängigkeit der Schichtdicke (Kanani P. D.-I., 2007)



6.6.5 Schlussfolgerungen aus den Auswertungen zu den Korrosionstests

Wie bereits am Anfang des Kapitels aufgeführt, ist das Vermögen zum Korrosionsschutz von vielen Faktoren abhängig. Die verwendete Schichtdicke war mit einer Stärke von 30µm identisch für alle Proben, aber die Verteilung der Schichtdicke ist bei den galvanischen Schichten sehr unterschiedlich.

Bezieht man sich auf die gewonnenen Erkenntnisse aus dem Kapitel 5.3, so kann man davon ausgehen, dass in den Bereichen, in denen die Prüfung erfolgte, die Schichtdicke teilweise nur 50- 60% der Sollschichtdicke beträgt. Dass die Schicht sich so stark verjüngt, war zum Start der Korrosionstests noch nicht bekannt.

Die Differenz des prozentualen Phosphoranteils beträgt zwischen beiden Schichten 1,9%. Beide Schichten bauen sich zwar amorph auf, aber die NIPHOS® 966 Schicht besitzt einen höheren Phosphoranteil. Bei gleicher Schichtdicke sollte die NIPHOS® 966 Schicht beständiger sein, als die DNC 571 Schicht. Die Begründung für die Ergebnisse im Korrosionstest. liegt in der Eigenschaft, dass sich bei phosphorreichen Schichten ein passiver Oxidfilm ausbildet. Aus den bisher gewonnen Erkenntnissen wäre ein Einsatz der galv. Schicht im Industriellen Klima oder auch unter salzhaltiger Atmosphäre möglich. Trotz der geringeren Schichtdicke erreichte die galv. Schicht vergleichbare oder bessere Werte in den Korrosionsdauertests.

6.7 Mikrohärte bei verschiedenen Wärmebehandlungszuständen

Um relevante Aussagen über die Härte der Schicht treffen zu können, wurde die Schichthärte nach verschiedenen Wärmebehandlungen geprüft. Die verwendeten Temperatur-Zeit-Regime sind aus der Qualitätssicherung der AHC entnommen und in Tabelle 16 aufgeführt. Die Steigerung der Härte ist von zwei Parametern abhängig, der Temperatur und der Zeit. Während einer Wärmebehandlung wandelt sich die amorph abgeschiedene Nickel-Phosphorschicht in eine kristalline um.

Tabelle 16 Temperatur-Zeit-Regime

Ziel der Wärmebehandlung	Werkstoff	Temperatur [°C]	Haltedauer [h]
Erhöhung der Haftung	Aluminium	190	2
Steigerung der Härte auf ca. 700 HV	Stahl	280	3
Steigerung der Härte größer 900 HV	Aluminium	305	3
Steigerung der Härte größer 900 HV	Stahl	320	3

Für das Prüfen der Mikrohärte im Querschliff wurde das Mikroskop Olympus BX 40 mit dem Härtemesser MHT - 4 Microhardness Tester von der Firma Anton Paar verwendet. Die Prüfkraft betrug 0,490N, die Prüfdauer 15sec. Diese Prüfparameter sind für alle aufgenommen Messungen gleich. Die in Tabelle 17 aufgeführten Werte sind die Ergebnisse der einzelnen Messungen⁸.

⁸ die dazugehörigen Protokolle befinden sich im Anhang A7

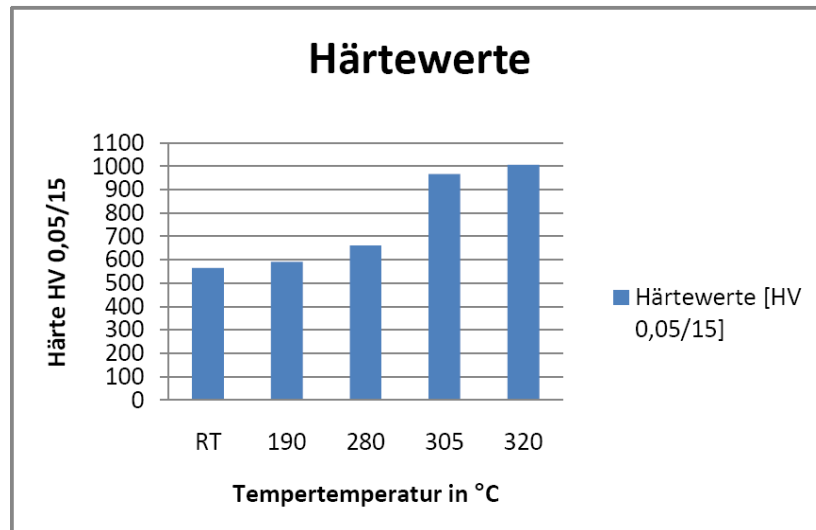
Auswertung der Versuche

Tabelle 17 Ermittelte Härtewerte für die Temperatur-Zeit-Regime

	Mittelwert HV [0,05/15]	Standardabweichung (s)	Variationskoeffizient (V) [%]
NIPHOS wie abgesch.	564,86	2,924	0,5176
NIPHOS 190°C	596,56	1,346	0,2258
NIPHOS 190°C	585,72	3,232	0,552
NIPHOS 280°C	695,38	9,252	1,6635
NIPHOS 280°C	625,78	1,155	0,1896
NIPHOS 305°C	942,26	2,448	0,2656
NIPHOS 305°C	990,3	5,498	0,555
NIPHOS 320°C	924,38	5,928	0,64134
NIPHOS 320°C	1006,42	9,328	0,9264

Bei der Betrachtung der zusammengefassten Resultate aus Tabelle 17. Wird ersichtlich, dass sich bei einer Wärme bis 190°C keine wesentliche Steigerung der Härte ergibt. Dieser Temperaturbereich steigert nur, wie bei den chemischen Verfahren, die Verbindung zum Substrat. Bei Temperaturen von 280°C und einer Dauer von 3 Stunden ist eine Steigerung der Härte zu verzeichnen. Diese entspricht auch den Vorgaben mit ca. 700HV, die mit dieser Wärmebehandlung erreicht werden sollen. Erst bei über 300°C kommt es zu einer signifikanten Steigerung der Härte. Die Unterteilung der Auswertung auf 305°C und 320 °C ist auf den Werkstoff des Substrats zurückzuführen. Die Temperatur 305°C wird bei Aluminiumlegierungen eingesetzt, damit Legierungsbestandteile der Legierung nicht die Schicht verfärben. Die Temperatur 320 °C wird standardmäßig für Stahlwerkstoffe verwendet, sie erzielt die höchste Härte. Die Abbildung 10 stellt die Mittelwerte der Untersuchungen graphisch dar.

Abbildung 9 Graphische Darstellung der Härtewerte



Einen Vergleich der Härte zu den chem. Abscheidungssystemen ist in Tabelle 18 zusammengefasst. Die NIPHOS[®] Schicht weist eine vergleichbare Härtewerte zu den DNC Schichten auf. Da die Schichten die gleichen Elemente besitzen und eine ähnliche prozentuale Zusammensetzung aufweisen, war ein gravierender Unterschied auch nicht zu erwarten.

Tabelle 18 Vergleich der Härtewerte der Abscheidungssysteme

Zustand	NIPHOS 966	DNC 571	DNC 471
wie Abgeschieden	560 HV [0,05/15]	570 HV ± 50 [0,05/15]	570 HV ± 50 [0,05/15]
Tempern 320 °C	1000 HV [0,05/15]	1000 HV ± 50 [0,05/15]	1000 HV ± 50 [0,05/15]

6.8 Auswertung Tribologische Verfahren

Im folgenden sollen Kapitel werden die Ergebnisse der Tribologischen Untersuchungen ausgewertet.

6.8.1 Auswertung der Taber-Abraser Messwerte

Die Auswertung des Taber-Abraser-Tests ergab für die galv. NiP Schicht die in Tabelle 19 aufgeführten Messwerte. Es sind jeweils die Mittelwerte aus 7 Einzelmessungen für 3 Probenkörper gezeigt. Alle drei Proben sind im Zustand wie abgeschieden geprüft wurden.

Aus dem Protokoll⁹ lassen sich die wichtigsten Prüfparameter für den folgenden Vergleich entnehmen:

Verwendeter Reibrollentyp	CS10
Reiblast bzw. Prüflast	10N

Im Protokoll ist aufgeführt, dass die Schicht sehr matt ist. Die Ursache für diese matte Schicht ist dadurch begründet, dass der Prüfkörper durch den Ausfall der Anlage einmal entschichtet werden musste.

Tabelle 19 Ergebnisse des Taber-Abraser Tests

Probe	Abriebmasse m_a (mg)/1000
Probe 1	$19,3 \pm 1,8$
Probe 2	$19,5 \pm 1,9$
Probe 3	$21,4 \pm 2,7$

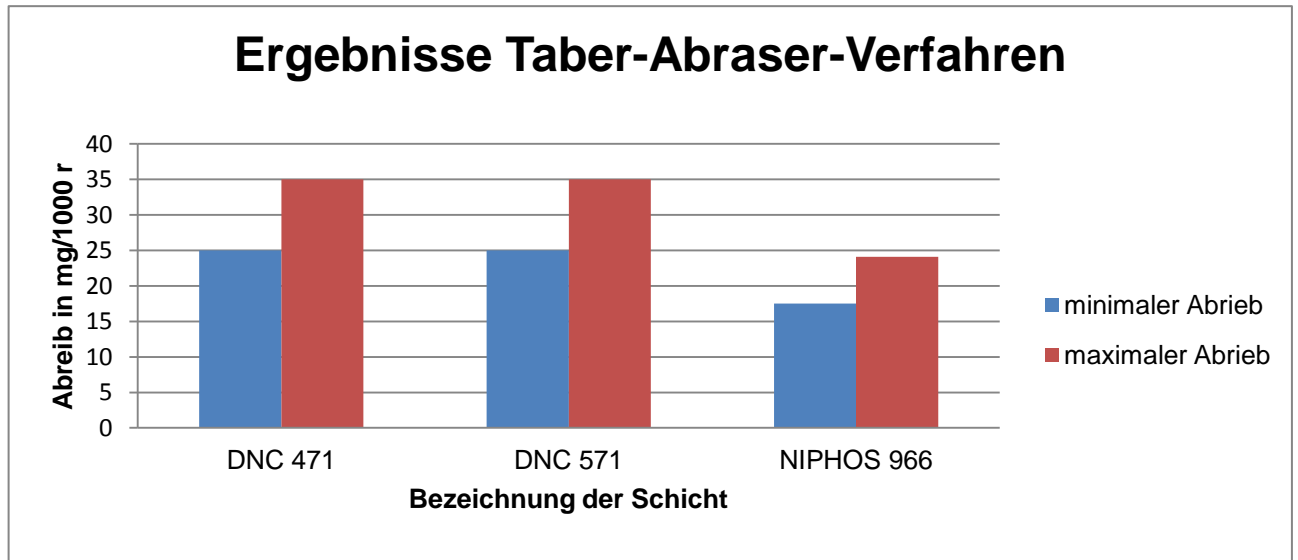
Die Abbildung 11 werden die minimalen und maximalen Abriebwerte der Schichten verglichen. Die Werte für die DNC Schichten sind aus den Produktcharakteristiken der RIAG Oberflächentechnik AG¹⁰ entnommen, die Werte für die NIPHOS Schicht

⁹ Protokoll befindet sich im Anhang A8

¹⁰ Die RIAG Oberflächentechnik AG ist der ChemiehHersteller der DNC Elektrolyte

wurden im Laborversuch ermittelt. Die Werte für die Abbildung bei der NIPHOS® Schicht ergeben sich aus dem minimalen und des maximalen Abrieb.

Abbildung 10 Vergleich der Ergebnisse des Taber-Abraser Verfahren



Das Diagramm zeigt einen geringeren Abtrag an Schichtmasse für die galvanische Schicht, was auf einen höheren Verschleißwiderstand hindeutet. Dieser geringere Abtrag der Schicht lässt auf höhere Bindungsenergien in der Legierung schließen, die in der Elektrokristallisation begründet sind. Auf Grund der Legierungszusammensetzung wurde das Resultat eher bei der hochphosphorhaltigen DNC 471 Legierung erwartet.

6.8.2 Auswertung der Resultate des Stift-Scheibe-Tribometer

Die Auswertung¹¹ des Stift-Scheibe-Tribometers ist in Tabelle 20 zusammengefasst.

Die Prüfung erfolgte unter den Parametern:

- Schicht: NIPHOS® 966
- Reibpartner: 100Cr6 (Kugel r=3mm)
- Lineare Geschwindigkeit: 10 cm/sec.
- Last bei Messung: 5N
- Versuchsdauer: 10.000 Umdrehungen

Tabelle 20 Ergebnisse des Stift-Scheibe-Tribometers

Probe	Mittlere Reibzahl [μ]	Verschleißvolumen der Kugel [x10 ⁻⁶ mm ³ /N/m]	Verschleißvolumen der Scheibe [x10 ⁻⁶ mm ³ /N/m]
1655	0,66	kein Verschleiß	345
1656	0,70	kein Verschleiß	414
1657	0,61	0,8	370
1658	0,66	0,6	402
1659	0,61	kein Verschleiß	403
Durchschnitt	0,65	Keine Angaben	387

Der ermittelte Reibkoeffizient für die NIPHOS® Schicht beträgt im Durchschnitt 0,65. Der Reibkoeffizient der DURNI-COAT® Schicht beträgt 0,61. In den tribologischen Eigenschaften ist kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden Schichtabscheidungssystemen zu erkennen. Wie sich diese Beurteilungskriterien nach einer Wärmebehandlung verhalten, muss durch zusätzliche Untersuchungen belegt werden. Die Untersuchungen würden den Rahmen der Arbeit überschreiten.

¹¹ Einige aufgenommene Diagramme befinden sich im Anhang A9

6.9 Erfahrungswerte aus der Produktion

Bisher wurden nur Schichtmesswerte dargestellt, die sich auf eine wissenschaftlichen Auswertbarkeit der Eigenschaften stützen. Vor dem Hintergrund, dass es sich bei dem Elektrolyt NIPHOS® 966 um ein handelsübliches, marktreifes Produkt handelt, sollte eine Darstellung von Erfahrungswerten, die im Arbeitsprozess aufgenommen wurden, nicht außer Acht gelassen werden. Sie wirken sich maßgebliche auf die Produktivität aus.

Abbildung 11 pulvrige Schicht durch Kation Mangel

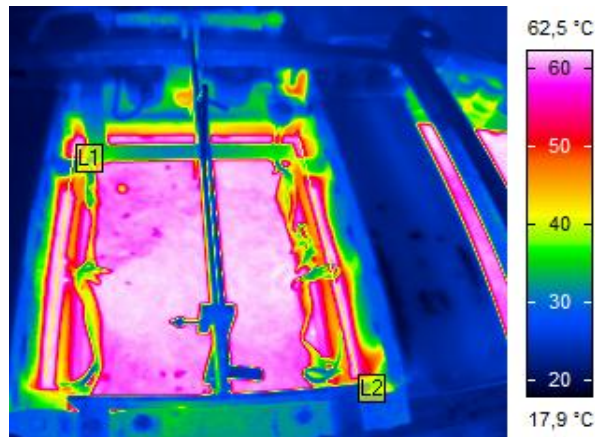


Um brauchbare Schichten abzuschneiden, ist zur Minimierung der Doppelschicht-Ausprägung eine hohe Waren- oder Elektrolytbewegung erforderlich. Es soll ein permanenter Elektrolytaustausch stattfinden, da sonst eine Verarmung an Kationen an der Kathodenoberfläche resultiert. Sollte dieser Zustand eintreten, kommt es zur Abscheidung von pulvrigen Schichten, wie sie in der Abbildung 12 dargestellt sind.

Eine zusätzliche Elektrolytbewegung kann mit einer Drucklufteinblasung realisiert werden. Durch die Einblasung wird eine mechanische Bewegung des Elektrolyten erzwungen. Bestehende Bedenken, dass sich durch die Einblasung von kalter Luft die Elektrolyttemperatur senkt, wurden nicht bestätigt. Eine Aufnahme mit einer Wärmebildkamera Abbildung 13, stellt die Temperaturverteilung im Elektrolyt dar.

Auswertung der Versuche

Abbildung 12 Thermographie Aufnahme des Versuchsbad



Es ist ersichtlich, dass der Elektrolyt gut durchmischt ist und die Befürchtung der Temperaturabsenkung nicht eintritt. Mit der zusätzlichen Elektrolytbewegung stellte sich eine neue Problematik dar. Durch die Einwirkung der Umwälzung bewegten sich die Werkstücke stark im Elektrolyt. In der Folge der starke Bewegung bildet sich an der Klemmstellen des Werkstücks keine Schicht.

Dies ist in Abbildung 14 dargestellt, es ist gut erkennbar, dass sich an dieser Position keine Schicht gebildet hat.

Bis zu diesem Zeitpunkt sind die Werkstücke mit einem der Vorbehandlung entsprechenden Draht an den Warenträgern fixiert wurden, wie es in der chemischen Vernickelung üblich ist. Aus dieser Erkenntnis heraus wurde das Klemmen für den galvanischen Prozess angepasst. Es erfolgte über relativ steife Schraubverbindungen, diese Ausführung sichert eine gleichbleibende Position der Probekörper im Elektrolyt.

Abbildung 13 keine Schichtbildung an der Klemmstelle beim losen fixieren



Die Abbildung15

stellt die geklemmten

Probekörper für das galvanischen Verfahren, Abbildung 16 stellt für das chem. Verfahren dar. Aus diesen beiden Varianten ist ersichtlich, dass die benötigte Zeit zum Klemmen der Proben beim galvanischen Verfahren wesentlich höher ist. Die Schraubverbindungen müssen fest sein, zudem ist es von Vorteil Gewindegänge abzudecken. Diese werden Andernfalls beschichtet womit ein Lösen der Schraubverbindung nach dem Prozess sehr schwierig bis unmöglich ist. Das Klemmen für das chemischen Verfahren ist vergleichsweise einfach, die Proben werden auf gehangen und mit Draht gegen ein Lösen gesichert. Der benötigte Zeitaufwand ist minimal.

Abbildung 14 Klemmen der Werkstücke über eine Schraubverbindung beim galvanischen

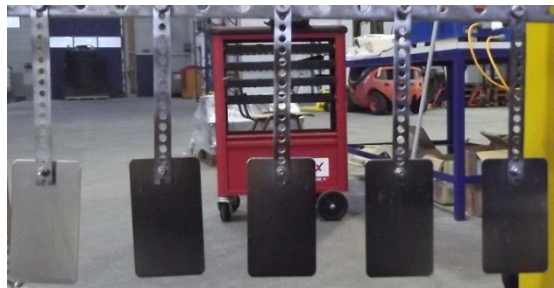
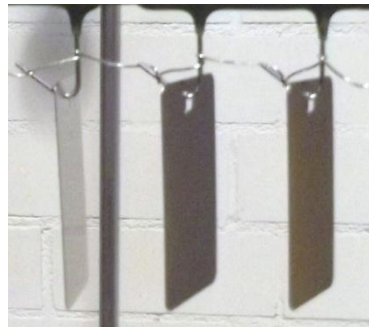


Abbildung 15 Klemmen der Werkstücke für den chemischen Prozess



Ein weiterer Punkt, der im Umgang mit der NIPHOS® 966 Schicht Aufmerksamkeit erregte, war das Entschichten von Versuchsproben oder Warengestellten. Für das Entschichten wurde eine 63% Salpetersäure verwendet. Der benötigte Zeitaufwand zum Entschichten der Gegenstände ist wesentlich höher als bei chemischen Verfahren. Besonders in den Bereichen, die bedingt durch Ihre Geometrie eine hohe Dichte von Stromfeldlinien aufweisen, sind die Anhaftungen der Schicht sehr fest. Die Nacharbeit bei Fehlbeschichtungen wird dadurch sehr erschwert.

7 Fazit aus den vergleichenden Untersuchungen

Die vorliegende Arbeit beschränkt sich auf die Untersuchung der grundlegenden Schichteigenschaften. Mechanische Eigenschaften wie Dehnung, Elastizitätsmodul und Eigenspannung sind bewusst nicht Bestandteil der Untersuchungen, ebenso vernachlässigt wurden bestimmte physikalische Eigenschaften wie Dichte, Schmelzpunkt, spezifischer elektrischer Widerstand und Wärmeausdehnungskoeffizient. Sie wären zur kompletten Beurteilung der galv. NiP Schicht zusätzlich nötig, allerdings hätte eine Untersuchung dieser Parameter den Rahmen der Arbeit überschritten.

Nach der Beurteilung der Fakten der ausgewerteten Versuche liefert der Elektrolyt NIPHOS® 966 vergleichbare Ergebnisse. In allen untersuchten Bereichen erreichte die Schicht ähnliche Resultate wie die Schichten des DURNI-COAT® verfahren. Allerdings sind im Maschinenbau die Stückzahlen gering aber vielfältig. Eine Anpassung der Stromfeldlinien durch Blenden, Zusatzanoden oder Hilfskathoden wäre zwar möglich, müsste aber für jedes Werkstück neu vorgenommen werden. Dies hat einen enormen Arbeitsaufwand zur Folge. Zusätzlich ist die aufwendige Klemmung der Bauteile zu beachten, dies sind Kostenfaktoren, die bei der Beurteilung der Kosteneffizienz des Verfahrens mit berücksichtigt werden müssen. Aus dieser Erkenntnis heraus, stellt das galvanische Verfahren keine Alternative für die Beschichtung von Gestellware für chem. NiP schichten dar. Die eingesparten Kosten im Bereich des verwendeten Elektrolyten stehen nicht im Verhältnis zu den benötigten Arbeitsstunden.

Zum jetzigen Zeitpunkt wäre eine Einsatzmöglichkeit des NIPHOS® 966 Elektrolyten die Beschichtung von Trommelware. In diesem Verfahrensbereich kann der Vorteile des galvanischen Systems genutzt werden. Wie zum Beispiel die kontinuierliche Abscheiderate, welche über die Stromdichte gesteuert wird und geringere Kosten in der Produktion durch den günstigeren Elektrolyten. Der Aufgeführte Nachteil der zeitintensiven Arbeitsvorbereitung entfällt bei der Beschichtung mittels einer Trommel.

8 Ausblicke

Einer der wichtigsten Punkte die im Rahmen dieser Arbeit nicht berücksichtigt wurden aber untersucht werden sollten, ist die Konzentration des Phosphors der über die Ergänzungslösung¹ zu dosiert wird und die Zugabe des Glanzzusatzes. Diese beiden Parameter haben einen wesentlichen Einfluss auf die Schichtqualität. Somit müsste die Abhängigkeiten zwischen den verbrauchten Phosphor und des Glanzzusatzes untersucht werden!

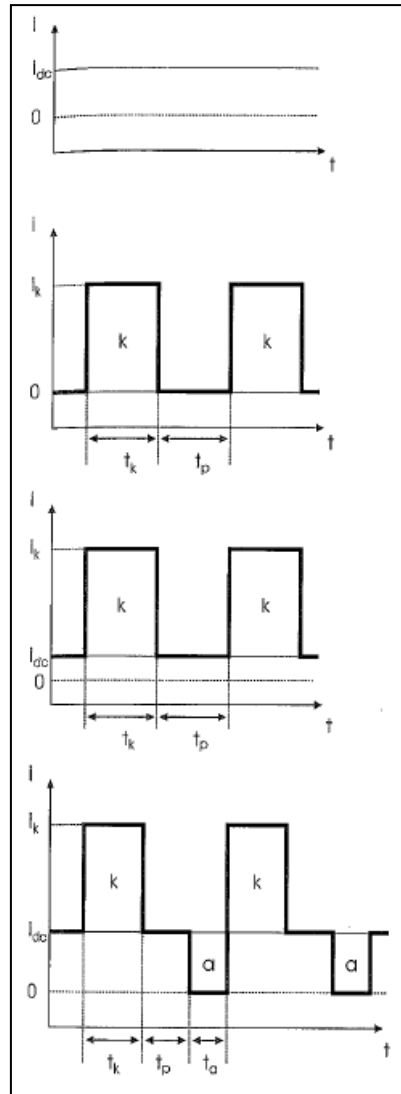
Desweiteren wäre eine Untersuchung interessant in welchen Maße, die Einbaurate des Phosphors in die Schicht gestaltet werden kann. Diese Einbaurate kann durch Variation des pH-Werts und die Stromdichte geregelt werden.

Bei chemisch Nickel Schichten können die tribologische Eigenschaften der Schicht durch Wärmebehandlungen positiv beeinflusst werden. Da die galvanische Schicht sich aus den gleichen Elemente zusammensetzt, könnte der gleiche positive Effekt auftreten. Dieser Faktor wurde jedoch nicht näher untersucht.

Eine weitere Untersuchung die vorgenommen werden kann ist der Nachweis der Porendichte. Diese besitzt wie bereits erwähnt einen wesentlichen Einfluss auf den Korrosionsschutz. Es stellt sich die Frage ob und wie man die Porendichte senken kann oder ob sich die Eigenschaft des chemisch Nickelverfahren hier wiederfindet das mit steigender Schichtdicke die Porendichte abnimmt.

Bisher sind alle gewonnen Resultate auf das eingesetzte Gleichstromverfahren bezogen. Dies hat maßgeblichen Einfluss auf die Schichtdickenverteilung. Eine

Abbildung 16 einfache Stromzeitfunktionen. (Kanani P. D.-I., 2009)



Möglichkeit zur Minderung der Auswirkung der Schichtdickenverteilung wäre eine Untersuchung des Elektrolyten mittels Pulsstromverfahren. Dieses Verfahren bietet viele Varianten der Parametersteuerung, welche sich auf die Schichtbildung und die Reinheit der Schicht auswirken. Einige Möglichkeiten zur Steuerung zeigt die Abbildung 17, es sind einfache Stromzeitfunktionen mit Rechteckimpulsen dargestellt.

Erklärung der Symbole:

- k: Kathodische Strommenge
- a: Anodische Strommenge

Möglichkeiten für weitere Untersuchungen

- t_k Dauer der Kathodischen Strommenge
- t_p Dauer der Pause
- t_a Dauer der Anodischen Strommenge

Von den aufgeführten Stromzeitfunktionen ist momentan nur die letzte interessant, da diese eine Anodische Phase besitzt. In diesem Zeitraum werden Schichtbereiche mit einer höheren Dichte an Stromfeldlinien vermehrt aufgelöst. Dies führt zu einem gleichmäßigeren Schichtentstehung. Die aufgeführten Pausen haben den Vorteil, dass die Abbauprodukte der Metallabscheidung aus der elektrolytischen Doppelschicht abtransportiert werden können und nicht mit in die Schicht eingebaut werden. Diese Versuchsreihe ist sehr aufwendig, daher war eine Integration im Rahmen der vorliegenden Untersuchung nicht möglich.

Anhang A1 Arbeitsanweisung Titration

Umicore Galvanotechnik GmbH

Niphos 966

Analysenvorschrift

Stand: Juni 2003

Bestimmung von Nickel

Titration von Nickel mit EDTA und Murexid als Indikator

Geräte:

- Pipette, 1 ml
- Erlenmeyerkolben, 300 ml
- Bürette, 25 ml

Reagenzien:

- 1) Pufferlösung pH 10:
54 g Ammoniumchlorid in deionisiertem Wasser lösen, 300 ml Ammoniaklösung, 25%, zugeben und auf 1 l mit deionisiertem Wasser auffüllen und mischen.
- 2) Murexidverreibung:
0.5 g Murexid mit 100 g Natriumchlorid gut in einem Mörser verreiben.
- 3) EDTA-Lösung, 0.1 mol/l.
- 4) Ammoniaklösung, konzentriert.

Analyse:

- a) 1.0 ml abgekühltes Bad in einen Erlenmeyerkolben pipettieren und ca. 100 ml deionisiertes Wasser zugeben.
- b) Solange Ammoniaklösung⁴⁾ zugeben bis sich der anfängliche gebildete Niederschlag von Nickelhydroxid gerade wieder gelöst hat.
- c) Zugabe von 10 ml Pufferlösung¹⁾ und einer Spatelspitze Murexidverreibung²⁾. Lösen.
- d) Titration mit EDTA-Lösung³⁾ bis zum Farbumschlag von braun nach rot-violett.

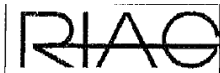
Verbrauch EDTA-Lösung (ml): V

Berechnung:

Nickel (g/l) = V x 5.87

Sicherheitshinweise:

Beim Pipettieren stets eine Kolbenhubpipette bzw. einen Pasteurball verwenden!
Die geltenden Sicherheitsvorschriften für Laborarbeit sind zu beachten!



Analysenvorschrift A0108 **Aktivphosphor**

Niphos 966 **Aktivphosphor** **Titroprozessor**

Geräte / Chemikalien	
Prüfmittel	Titroprozessor
Methode	Nr. 20 mit Platinelektrode
Reagenzien	Bromid-Bromatlösung 0.05 mol/L Salzsäure 37 % chem. rein Kaliumjodid 100 g/L Natriumthiosulfatlösung 0.1 mol/L

Durchführung	
20 mL	Badprobe in 100 mL Messkolben pipettieren, mit deion. Wasser bis zur Marke auffüllen (Verdünnungsfaktor 5)
5 mL	Vorverdünnung und 25 mL Bromid-Bromatlösung in Schlifferlenmeyer pipettieren, ca. 30 mL Wasser zugeben
1 mL	Salzsäure 37 % zugeben, Kolben verschliessen und 15 min. im Dunkeln stehen lassen (13 – 20 min.)
5 mL	Kaliumjodidlösung und
1 mL	Salzsäure 37 % zugeben
	Titration mit Natriumthiosulfatlösung

Berechnung	$(25 - \text{Verbrauch Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ in mL}) \times 1.548 = \text{g/L Aktivphosphor}$
-------------------	--

Anhang A2 **Arbeitsanleitung NIPHOS® 14 Januar 2010**

Umicore Galvanotechnik GmbH

NIPHOS® 966**Arbeitsanleitung**

Stand: 14. Januar 2010

- Elektrolyt zur elektrolytischen Abscheidung von Nickel-Phosphor-Legierungsschichten
- Phosphorgehalt > 11 %
- Alternative zu konventionellem Chemisch Nickel
- Verwendung als Zwischenschicht vor einer anschließenden Hartvergoldung von Kontaktoberflächen
- Einsatz im Trommel- oder Gestellbetrieb
- Chloridfrei, pH-stabil

Badcharakteristik

Mit NIPHOS® 966 können auf elektrolytischem Weg glänzende Nickel-Phosphor-Legierungsüberzüge im Trommel- oder Gestellbetrieb abgeschieden werden. NIPHOS® 966 ist chloridfrei und im Betrieb pH-stabil.

Der Phosphorgehalt der Überzüge beträgt ca. 12 %. Die Härte der Schichten beträgt 550 HV_{0,05} im Zustand wie abgeschieden.

Überzüge aus NIPHOS® 966 werden als Zwischenschicht vor einer anschließenden Hartvergoldung (z.B. mit AURUNA® 526 oder AURUNA® 539) von Kontaktoberflächen eingesetzt.

Weiterhin können Schichten aus NIPHOS® 966 als Alternative zu hochphosphorhaltigen Schichten aus chemisch Nickel Elektrolyten verwendet werden.

Nickelgehalt:	80 g/l	(70 - 90 g/l)
Phosphorgehalt:	25 g/l	(22 - 28 g/l)
pH-Wert:	2,6	(2,5 - 2,7)
Temperatur:	60 °C	(55 - 65 °C)
Stromdichte:	Gestell: 4 A/dm ² Trommel: 1,5 A/dm ²	(3 - 5 A/dm ²) (1 - 2 A/dm ²)
Abscheidungs- geschwindigkeit:	Gestell: 0,4 µm/min bei 4 A/dm ² Trommel: 0,15 µm/min bei 1,5 A/dm ²	
Schichtdicken- wachstum:	Gestell: 2,5 min/µm bei 4 A/dm ² Trommel: 6,7 min/µm bei 1,5 A/dm ²	

Schichtcharakteristik

Überzug:	Nickel-Phosphor
Legierungs- zusammen- setzung:	Nickel: 87 - 89 % Phosphor: 13 - 11 %
Härte:	550 - 600 HV _{0,05} im Zustand wie abgeschieden.
Abrieb:	2 mg/1000 Hübe ≅ 0,256 mm ³ /1000 Hübe (Abriebversuch nach Bosch-Weinmann, Sandpapier nach Schweizer Norm 6/0, Auflagegewicht: 300 g)

Lieferform

- | | |
|---------------|--|
| Badansatz: | a) Nickelsulfat, Galvanoqualität (NiSO ₄ x 7 H ₂ O)
380 g zum Ansatz von 1 l Bad
Lagerstabilität: unbegrenzt

b) NIPHOS® 966 Ansatzkonzentrat 1
400 ml zum Ansatz von 1 l Bad
Lagerstabilität: 3 Jahre

c) NIPHOS® 966 Ansatzkonzentrat 2
100 ml zum Ansatz von 1 l Bad
Lagerstabilität: 3 Jahre

d) NIPHOS® 966 Glanzzusatz 1
10 ml zum Ansatz von 1 l Bad
Lagerstabilität: 3 Jahre |
| Badergänzung: | e) NIPHOS® 966 Ergänzungslösung 1
(enthält 25 g/l Phosphor)
2 - 2,5 l für 1.000 Ah
Lagerstabilität: 3 Jahre

f) NIPHOS® 966 Glanzzusatz 1
0,1 - 0,2 l für 1.000 Ah
Lagerstabilität: 3 Jahre |
| Badkorrektur: | g) Nickelsulfat, Galvanoqualität (NiSO ₄ x 7 H ₂ O)
Lagerstabilität: unbegrenzt

h) Schwefelsäure 94 - 98 %, chem. rein
Lagerstabilität: unbegrenzt

i) Natriumhydroxid reinst (5 %ige Lösung)
Lagerstabilität: unbegrenzt |

NIPHOS® 966

Badansatz

Vorbereitung: Alle mit dem Bad in Berührung kommenden Kunststoffteile, d.h. Badbehälter, Reservewanne, Gestellisolierungen, Trommeln, Pumpen oder Schläuche müssen vor Benutzung ca. 24 Stunden in 5 -10 %iger Schwefelsäure abgesäuert werden. Danach werden die Behälter bzw. die Geräte sorgfältig gereinigt und mit entionisiertem Wasser bis zur Säurefreiheit (prüfen mit pH-Papier) abgespült.

Ansatzfolge: Die Arbeitswanne wird zu 15 % des Endvolumens mit entionisiertem Wasser gefüllt.

Nun wird die benötigte Menge an Ansatzkonzentrat 1 und Ansatzkonzentrat 2 zugegeben.

Unter ständigem Rühren wird danach Nickelsulfat in der berechneten Mengen aufgelöst.

Zuletzt wird die ermittelte Menge Glanzzusatz 1 zugesetzt und mit entionisiertem Wasser auf Arbeitsvolumen aufgefüllt.

Der Elektrolyt wird nun auf Arbeitstemperatur (60 °C) erwärmt.

Schließlich wird der pH-Wert mit chemisch reiner Schwefelsäure (10 vol.%ig) bzw. Natriumhydroxid (5 %ige Lösung) auf 2,6 (gemessen bei 60 °C) eingestellt.

Der Elektrolyt ist nun betriebsbereit.

ACHTUNG: Beim Badansatz muss das Personal die erforderliche Schutzkleidung tragen, wie Schutzbrille, Schutzhandschuhe, Staubmaske, etc.

Beispiel:

1. Gewünschtes Badvolumen:	100 l
2. Vorlage entionisiertes Wasser (60 °C):	15 l
3. Menge NIPHOS® 966 Ansatzkonzentrat 1:	40 l
4. Menge NIPHOS® 966 Ansatzkonzentrat 2:	10 l
5. Menge Nickelsulfat:	38,0 kg
6. Menge NIPHOS® 966 Glanzzusatz 1:	1,0 l
7. Menge entionisiertes Wasser:	ad 100 l

Arbeitsbedingungen

	Optimum	zulässiger Bereich
Nickelgehalt:	80 g/l	(70 - 90 g/l)
Phosphorgehalt:	25 g/l	(22 - 28 g/l)
Arbeitstemperatur:	60 °C	(55 - 65 °C)
pH-Wert:	2,6	(2,5 - 2,7)
Warenbewegung:	5 m/min. (Gestell) bzw. Trommelrotation	
Filtration:	kontinuierlich	
Stromdichte:	Gestell: 4 A/dm ² Trommel: 1,5 A/dm ²	(3 - 5 A/dm ²) (1 - 2 A/dm ²)
Stromausbeute:	Ca. 50 %	
Abscheidungs- geschwindigkeit:	Gestell: 0,4 µm/min bei 4 A/dm ² Trommel: 0,15 µm/min bei 1,5 A/dm ²	
Schichtdicken- wachstum:	Gestell: 2,5 min/µm bei 4 A/dm ² Trommel: 6,7 min/µm bei 1,5 A/dm ²	
Legierung:	Nickel-Phosphor	
Legierungs- zusammen- setzung:	87 - 89 Gew. % Nickel 13 - 11 Gew. % Phosphor	

Wegen der durch Anlage und Warenbeschickung bedingten, stark unterschiedlichen Arbeitsbedingungen sind diese Angaben nur Richtwerte!

Berechnung von Schichtdicke und Galvanisierdauer

Auflage in mg = Oberfläche in cm² x 0,78 x Schichtdicke in µm

Expositionszeit in min. = $\frac{\text{erforderliche Auflage in mg}}{7,8 \times \text{Stromstärke in A}}$

Badergänzung, Badüberwachung und Korrektur

Korrekturen des Nickel- und Phosphorgehaltes erfolgen nach analytischer Kontrolle.

Der pH-Wert sollte grundsätzlich täglich mehrfach überwacht werden. Korrekturen des pH-Wertes auf Sollwert erfolgen mit verdünnter Schwefelsäure oder einer 5 %igen Natriumhydroxidlösung.

Während des Arbeitens werden NIPHOS® 966 Ergänzungslösung 1 und Glanzzusatz 1 verbraucht. Der Verbrauch ist von mehreren Faktoren abhängig und von Fall zu Fall verschieden. Unter normaler Belastung können folgende Richtwerte gelten:

Verbrauch pro 1.000 Ah (ca. 500 g Legierung):

NIPHOS® 966 Ergänzungslösung 1: 2 - 2,5 l
NIPHOS® 966 Glanzzusatz 1: 0,1 - 0,2 l

je nach Ausschleppverlusten.

NIPHOS® 966

Die Zugabe der fehlenden Chemikalien sollte stets in Arbeitspausen erfolgen. Zusätze bei kontinuierlicher Ergänzung grundsätzlich nicht über die Ware, sondern in den Anodenraum, besser noch unmittelbar vor den Ansaugstutzen der Pumpe dosieren.

Sollen Analysen beim Lieferant durchgeführt werden, so ist hierzu unbedingt eine Badprobe mit mindestens 2 l Inhalt erforderlich.

Wirkungsweise der Zusätze

NIPHOS® 966 Ergänzungslösung 1

Mit Ergänzungslösung 1 wird der Phosphorgehalt des Elektrolyten eingestellt. Ein Mangel zeigt sich an verringertem Einbau von Phosphor in die Schicht.

NIPHOS® 966 Glanzzusatz 1

verbessert die Streufähigkeit und Glanzbildung des Elektrolyten. Ein Mangel zeigt sich durch Porenbildung und matter Abscheidung im niederen Stromdichtebereich. Überdosierung führt zu vermindertem Einbau von Phosphor in die Schicht.

Einfluss wichtiger Badparameter

pH-Wert

Bei zu geringem pH-Wert sinkt die Stromausbeute des Elektrolyten. In die Schicht wird ein höherer Phosphorgehalt eingebaut.

Bei zu hohen pH-Werten wird eine höhere Stromausbeute erreicht, jedoch sinkt der Phosphorgehalt der Schicht.

Stromdichte

Der Einbau von Phosphor in die Schicht ist abhängig von der Stromdichte: Niedrige Stromdichten führen zu erhöhtem, hohe Stromdichten zu vermindertem Einbau von Phosphor in die Schicht.

Spezielle Verfahrenshinweise

Vorbehandlung: Die Ware ist oxid- und fettfrei in den Elektrolyten einzubringen. Eine ausreichende Entfettung und anschließende Dekapierung in verdünnten Säuren sollten neben sorgfältigen Spülvorgängen stets gewährleistet sein.

Nachbehandlung: Nach dem Beschichten mit NIPHOS® 966 wird gründlich in kaltem Wasser gespült, getrocknet oder entsprechend weiterbehandelt.

Reinigungsoperationen:

Sollte eine Reinigung mit H_2O_2 /Aktivkohle unvermeidlich sein, wird folgendermaßen verfahren:

Der Elektrolyt wird in eine Reservewanne gepumpt. Zur Reinigung des Elektrolyten setzt man 1 ml/l Wasserstoffperoxid (35 %ig) zu, rührt gut um und lässt ca. 1 Stunde einwirken. Hierauf werden dem Bad 2 g/l Aktivkohle (zinkfrei) für saure Bäder zugesetzt und 2 - 3 Stunden umgerührt. Nach dem Absetzen der Aktivkohle, am besten über Nacht, wird der Elektrolyt vorsichtig in den gereinigten Arbeitsbehälter filtriert, der Bodensatz verworfen. Die Aktivkohle muss jetzt vollständig entfernt sein. Es werden nun 5 - 10 ml/l NIPHOS® 966 Glanzzusatz 1 zugegeben. Nach Erreichen der Arbeitstemperatur ist der Elektrolyt wieder betriebsbereit.

Bei metallischen Verunreinigungen wird eine Selektivreinigung bei niedrigen Stromdichten empfohlen. Der Elektrolyt muss anschließend nach Analyse wieder auf Sollwert eingestellt werden.

Schichtkombinationen:

Für Kontaktoberflächen empfehlen wir folgende Schichtkombinationen:

1. NIPHOS® 966: 2 - 3 µm
AURUNA® 526: 0,2 - 0,3 µm
2. NiRUNA® 808: 2 µm
NIPHOS® 966: 0,5 µm
AURUNA® 526: 0,2 - 0,3 µm

Einrichtung

Badbehälter: Kunststoffwannen aus säurefestem und bis zu 70 °C temperaturbeständigem Material, vorzugsweise Polypropylen oder mit Hartgummi oder Kunststoff ausgekleidete Wannen.

Heizeinrichtung: Empfohlen werden Heizer aus Porzellan oder Edelstahl.

Filtration: Es wird kontinuierliche Filtration empfohlen, wobei die Umwälzmenge mind. das 2 - 3fache des Elektrolytvolumens pro Stunde betragen soll.

NIPHOS® 966

Anoden:	Es sollen Ni S-Anoden eingesetzt werden, die mindestens der DIN-Vorschrift 1702 entsprechen. Bei Plattenanoden werden Sparanodenhalter mit säurefestem Kunststoffüberzug empfohlen; die Anoden werden mit säurefesten Anodenbeuteln versehen, die vor dem erstmaligen Gebrauch abgesäuert werden müssen. Pellets werden in Titananodenkörbe eingefüllt, die, wie oben beschrieben, mit Anodenbeuteln zu versehen sind.
Gestelle:	Die Warengestelle müssen mit säurefestem und temperaturbeständigem (70 °C) Kunststoff beschichtet sein.
Trommeln:	Die Trommeln müssen aus säurefestem und temperaturbeständigem (70 °C) Kunststoff gefertigt sein.
Sonstiges:	Alle übrigen Zubehörteile wie Pumpen, Filtergeräte, Trommeln etc. müssen säurefest und temperaturbeständig (70 °C) sein.

Hinweis

Unsere Angaben zur Lagerstabilität beziehen sich auf Lagerung in verschlossenen Originalgebinden unter Einhaltung der auf dem Etikett erwähnten Bedingungen.

Vorsichtsmaßnahmen/ Sicherheitshinweise

Sicherheitstechnische Hinweise entnehmen Sie bitte den entsprechenden Sicherheitsdatenblättern!

Die gültigen Unfallverhütungsvorschriften und Sicherheitshinweise sind zu beachten.

Hinweise auf

Analysenvorschrift:	auf Anfrage erhältlich
Abwasserbehandlung:	auf Anfrage erhältlich

Unsere Angaben über unsere Produkte und Geräte sowie über unsere Anlagen und Verfahren beruhen auf einer umfangreichen Forschungsarbeit und anwendungstechnischen Erfahrung. Wir vermitteln diese Ergebnisse, mit denen wir keine über den Einzelvertrag hinausgehende Haftung übernehmen, in Wort und Schrift nach bestem Wissen, behalten uns jedoch technische Änderungen im Zuge der Produktentwicklung vor. Darüber hinaus steht unser anwendungstechnischer Dienst auf Wunsch für weitergehende Beratungen sowie zur Mitwirkung bei der Lösung fertigungs- und anwendungstechnischer Probleme zur Verfügung.

Das entbindet den Benutzer jedoch nicht davon, unsere Angaben und Empfehlungen vor ihrer Verwendung für den eigenen Gebrauch selbstverantwortlich zu prüfen. Das gilt - besonders für Auslandslieferungen - auch hinsichtlich der Wahrung von Schutzrechten Dritter sowie für Anwendungen und Verfahrensweisen, die von uns nicht ausdrücklich schriftlich angegeben sind. Im Schadensfall beschränkt sich unsere Haftung auf Ersatzleistungen gleichen Umfangs, wie sie unsere Allgemeinen Verkaufs- und Lieferbedingungen bei Qualitätsmängeln vorsehen.

Umicore Galvanotechnik GmbH

Postfach 12 40 • 73502 Schwäbisch Gmünd

Hausanschrift:

Klarenbergstraße 53-79 • 73525 Schwäbisch Gmünd
DEUTSCHLAND

Telefon +49 (0) 71 71 / 6 07 - 01

Telefax +49 (0) 71 71 / 6 07 - 3 16

e-mail: galvano@eu.umicore.com

www.umicore-galvano.com

Anhang A3 **Berechnungen**

Rechnung für den Konzentrationsausgleich Phosphorgehalt

Formel zur Berechnung des benötigten Volumens der Ergänzungslösung 1:

$$v = \frac{\Delta c * V}{C}$$

v benötigtes Volumen der Ergänzungslösung

V Volumen des Bades

C soll Konzentration

Δc Konzentrationsdifferenz

$$v = ((25 - 20,4)g/l * 160l) \div 25g/l = 29,44 \text{ l}$$

Anhang A4 Schichtdickennachweis für 200µm

In diesem Anhang sind alle wichtigen Daten zusammengefasst, die die Annahmen zur maximalen Schichtdicke stützen.

Die eingestellten Arbeitsparameter sind:

- Stromdichte: 4 A/dm²
- Abscheidungsgeschwindigkeit: 0,4 µm/min
- Expositionszeit: 500 min
- Oberfläche der Proben: 5,586 dm²
- Oberfläche der Aufhängung: 2,46 dm²
- Oberfläche des Abschirmrahmens: 1,86 dm²
- Oberfläche Gestell: 1,9 dm²
- Gesamtoberfläche: 11,81 dm²

Auswertung zum Versuch 200µm							
Probenkörper	Oberfläche [cm ²]	m _{Sub} [g]	m _G [g]	Δm ist [mg]	Δm soll [mg]	d _s ist [µm]	d _s soll [µm]
1	110,4	26,9849	41,6393	14654,4	17222,4	170,2	200
2	111,7	28,361	44,081	15720	17425,2	180,43	200
3	107,5	26,1518	41,6991	15547,3	16770	185,42	200
4	114,3	27,473	44,6635	17190,5	17830,8	192,81	200
5	114,7	28,6532	44,9983	16345,1	17893,2	182,7	200

Die verwendete Formel zum Errechnen der Schichtdicke und der Massendifferenz ist:

$$\Delta m = 0,78 \cdot \text{Schichtdicke } [\mu\text{m}] \cdot A [\text{cm}^2].$$

Diese Formel wurde dann für die Schichtdicke umgestellt. Die eingestellte Stromstärke ist 47A, für den Versuch wurden 391,66 Ah verbraucht.

Anhang A5 Messprotokoll Schichten von 20-200µm

Abbildung der Messpunkte bei 20µm

Abbildung 17 Stellt die galvanische Schicht mit 20µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1

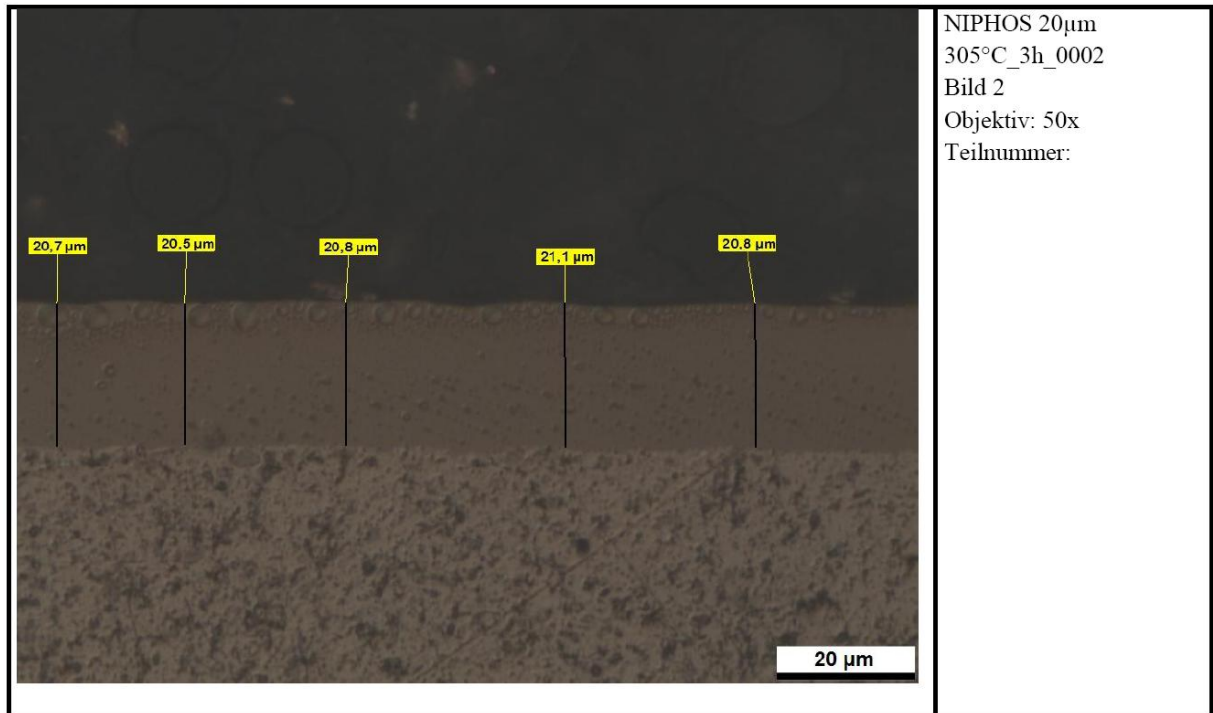


Abbildung 18 galvanische Schicht mit 20µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2

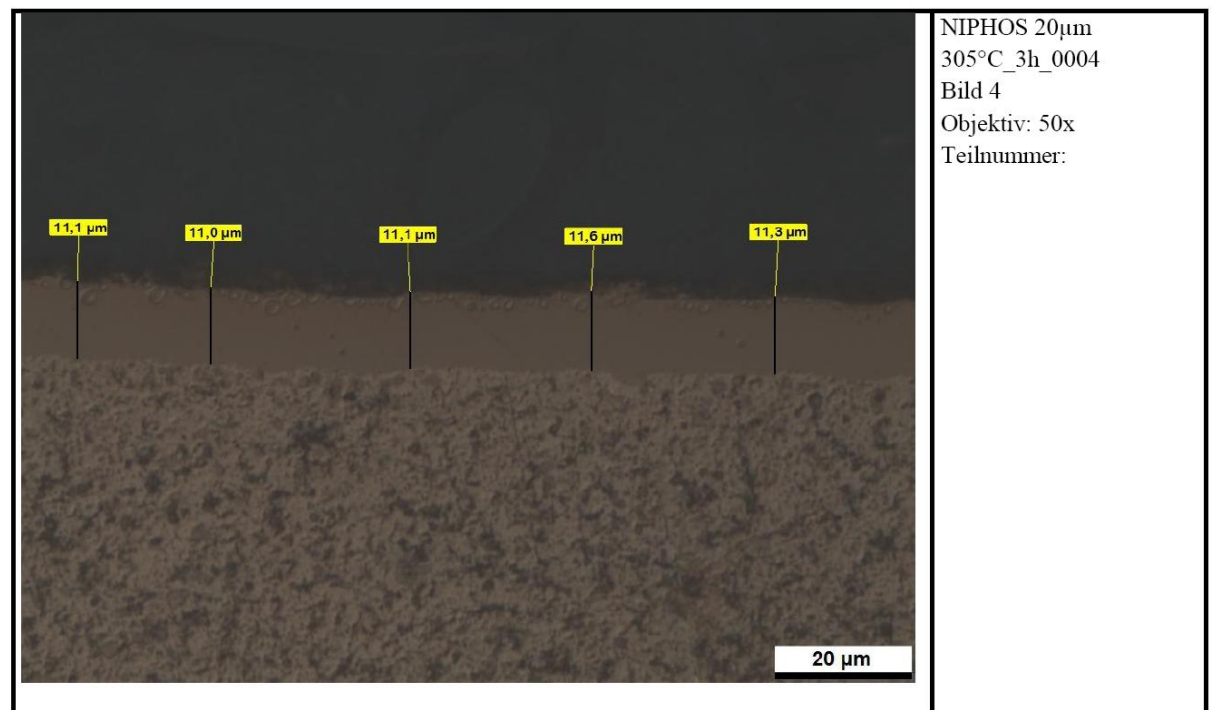


Abbildung 19 galvanische Schicht mit 20µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3

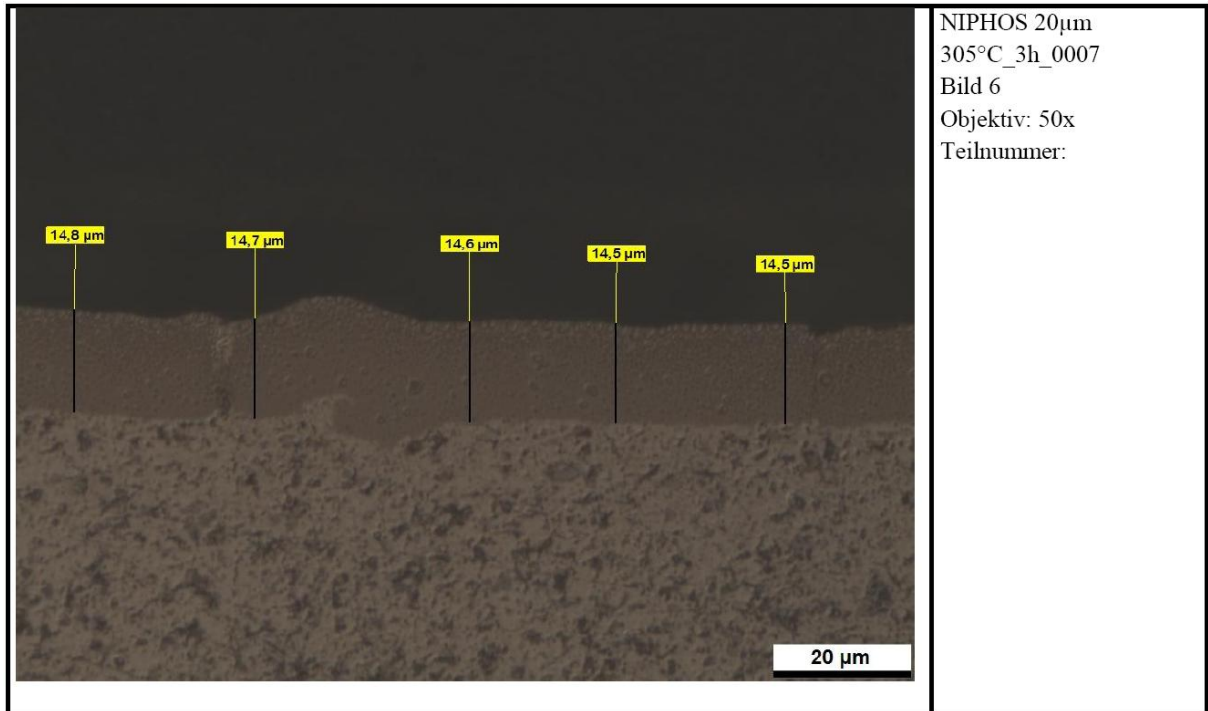
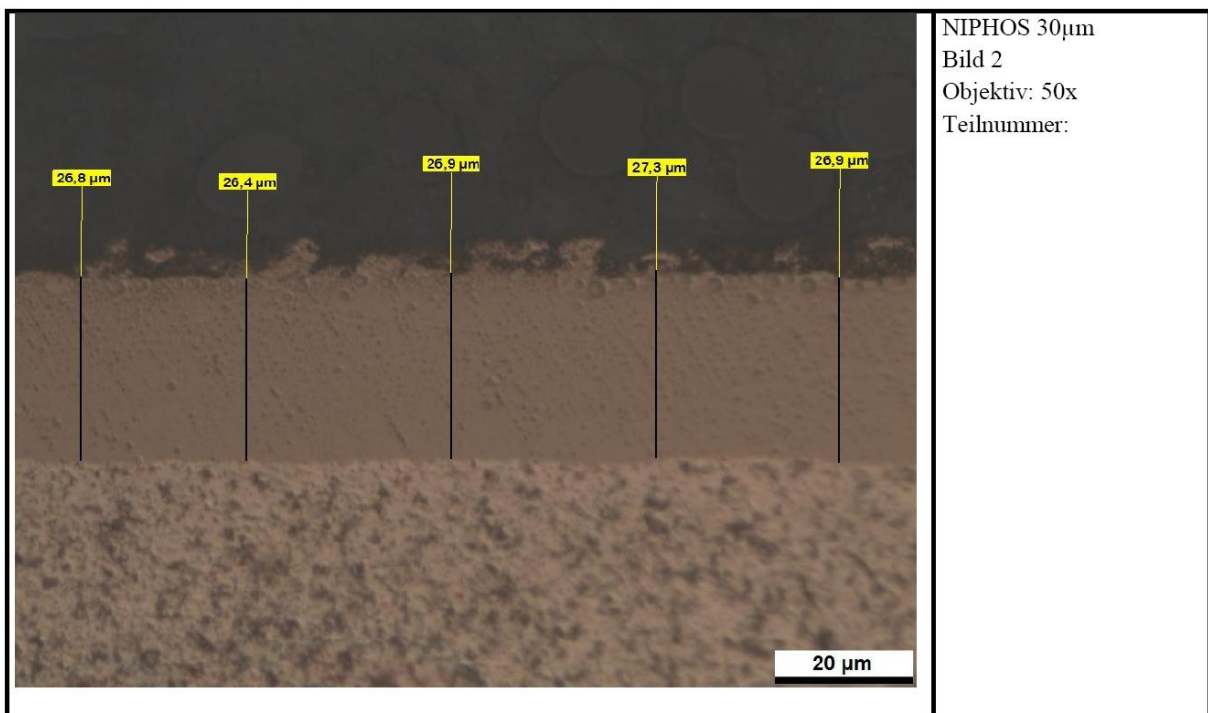


Abbildung der Messpunkte bei 30µm

Abbildung 20 galvanische Schicht mit 30µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1



Anhang A5

Abbildung 21 galvanische Schicht mit 30µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2

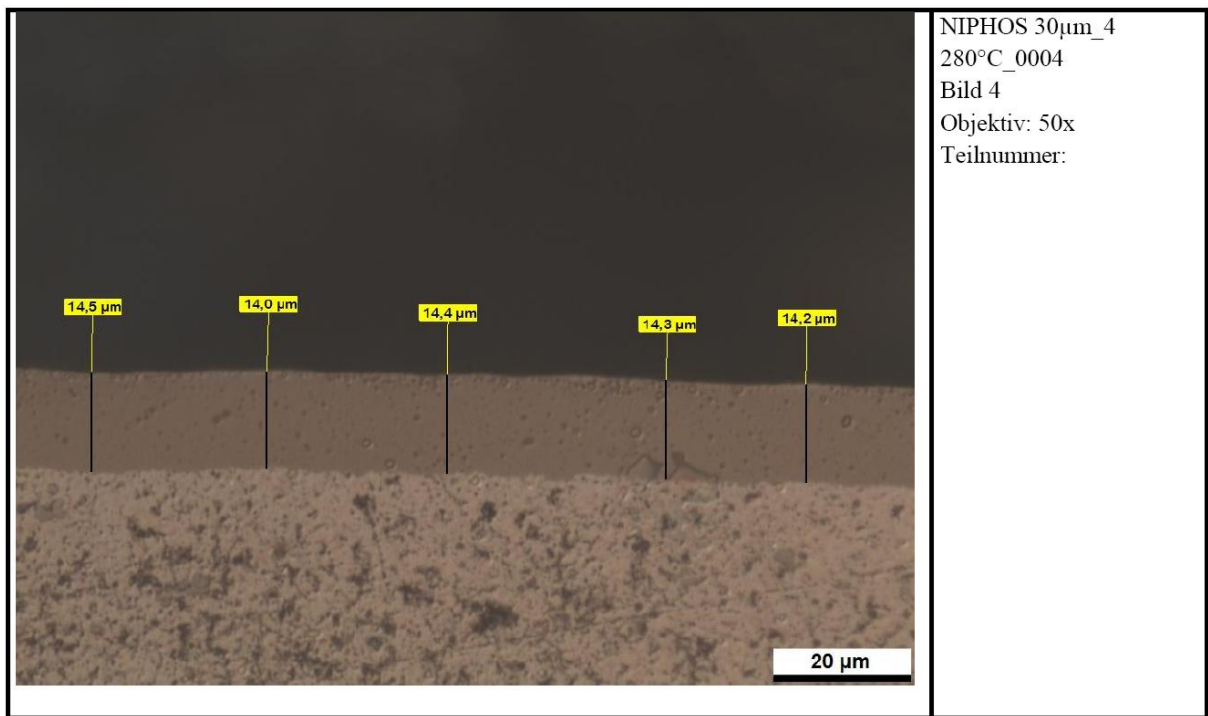


Abbildung 22 galvanische Schicht mit 30µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3

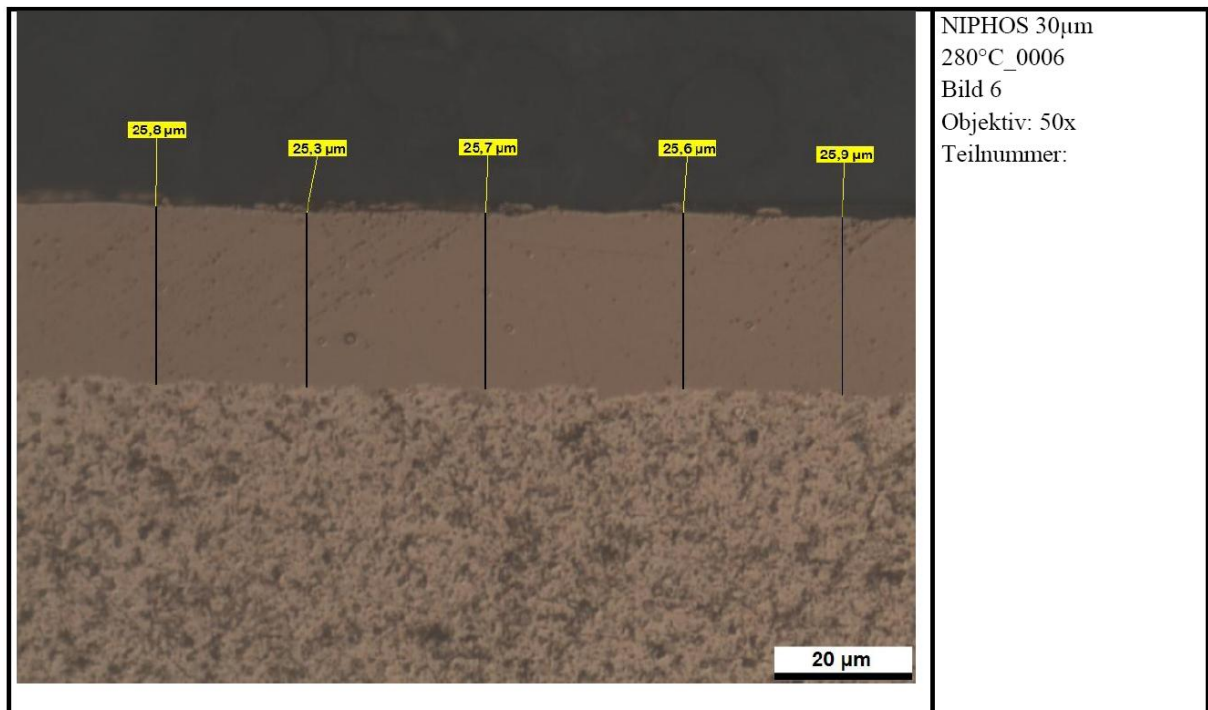


Abbildung der Messpunkte bei 50µm

Abbildung 23 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1

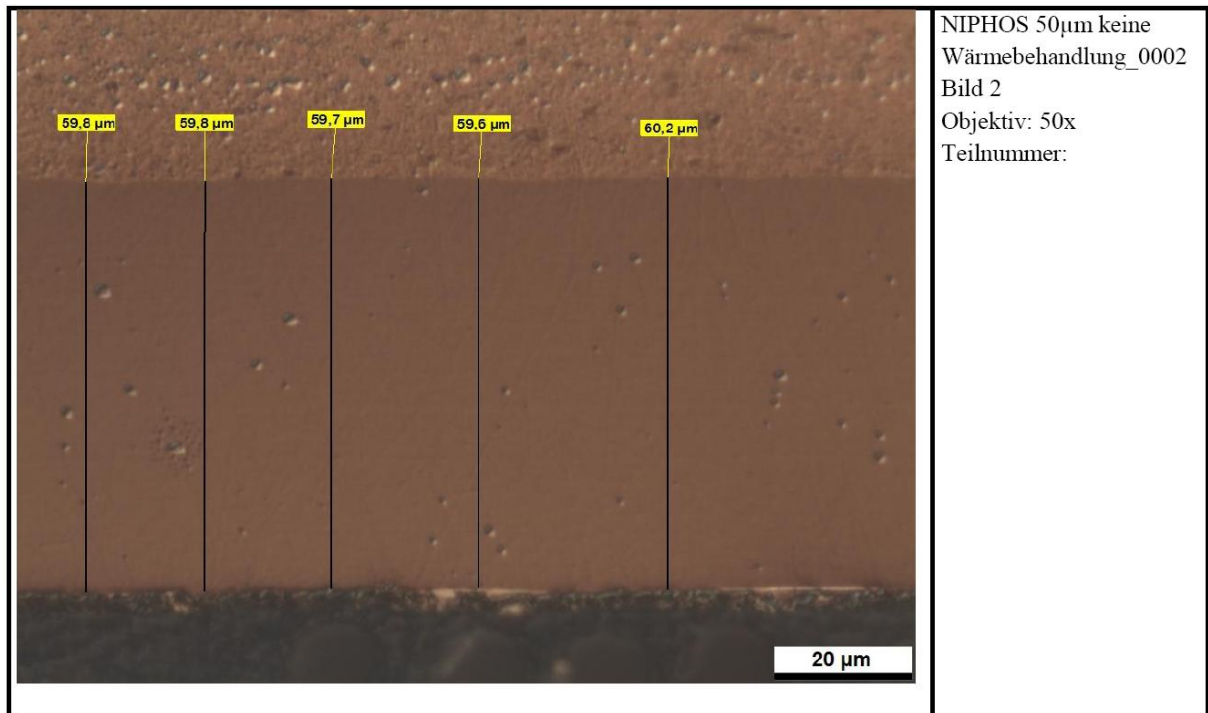
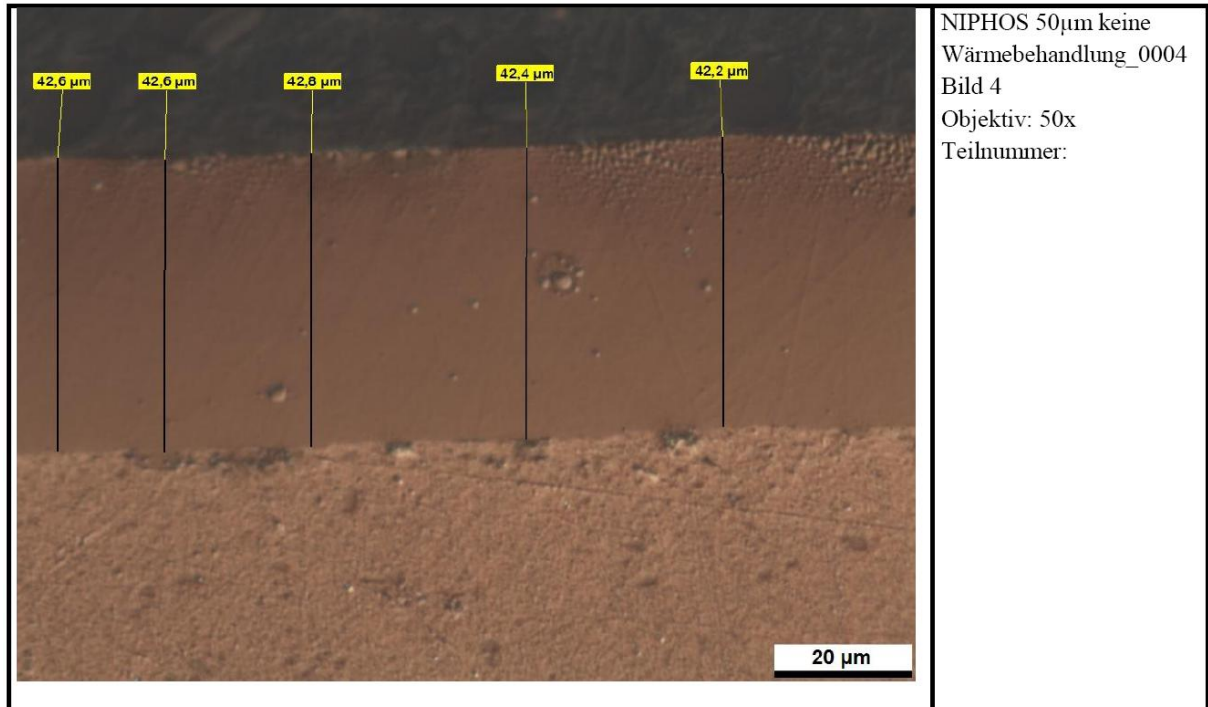


Abbildung 24 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2



Anhang A5

Abbildung 25 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3

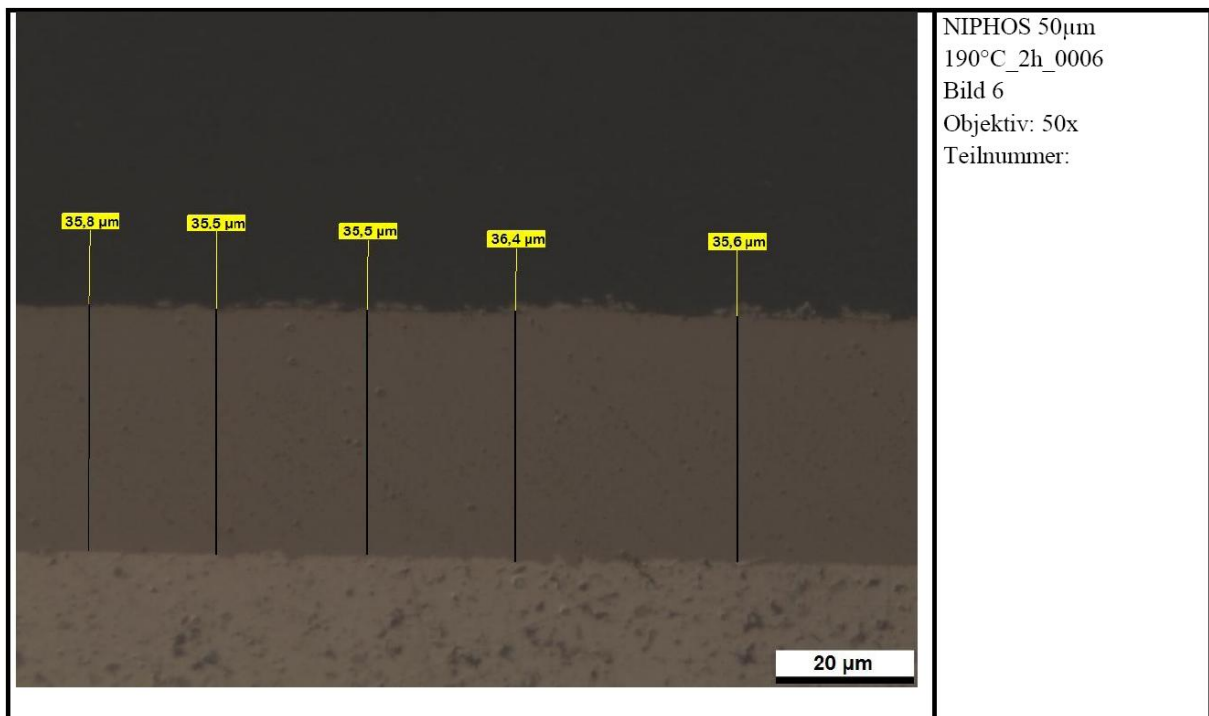
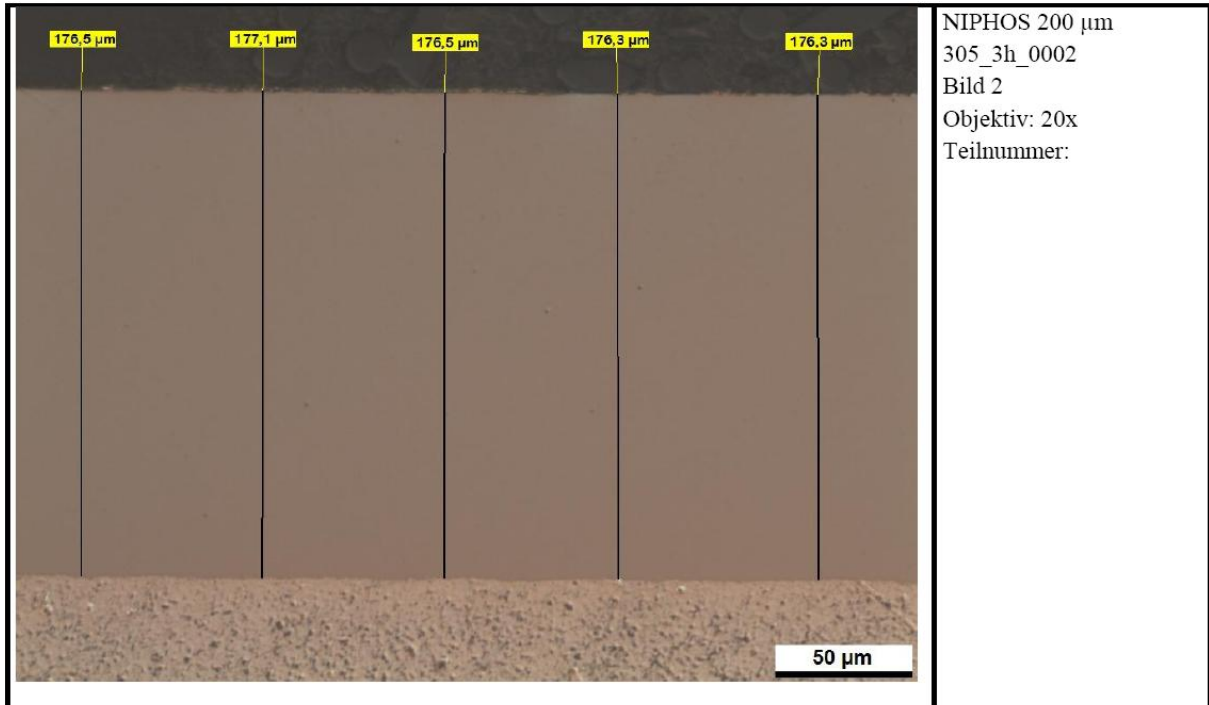


Abbildung der Messpunkte bei 200µm

Abbildung 26 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 1



Anhang A5

Abbildung 27 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 2

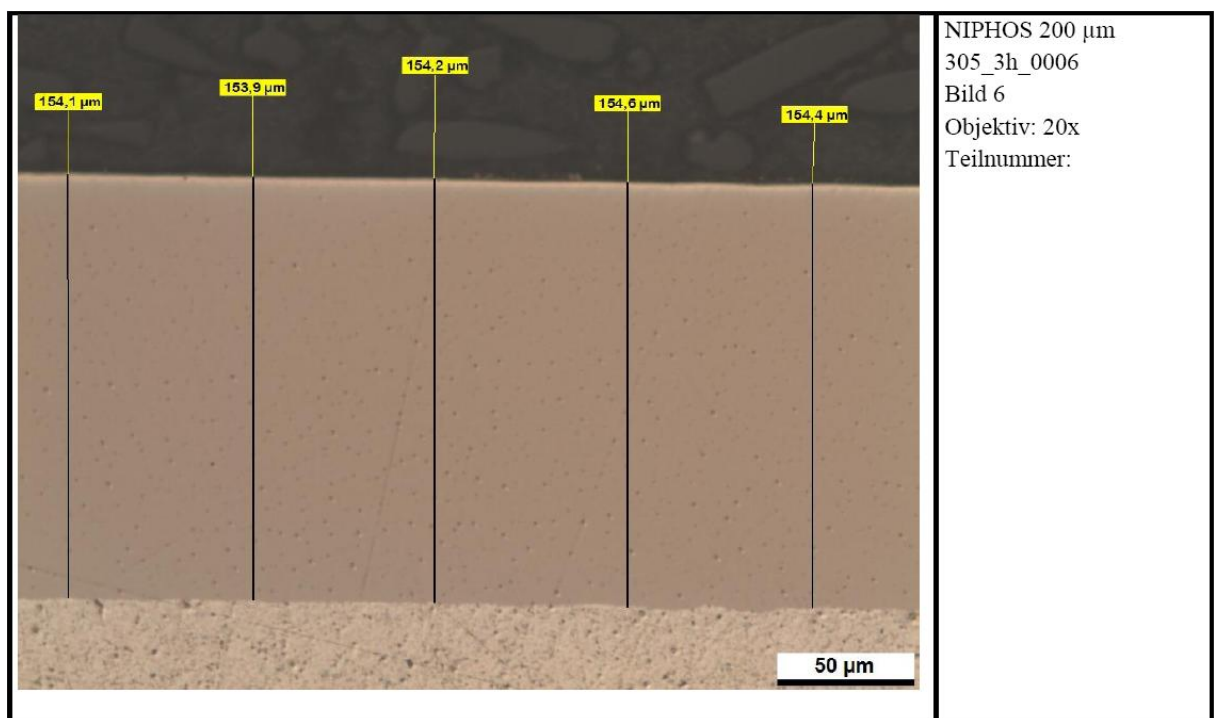
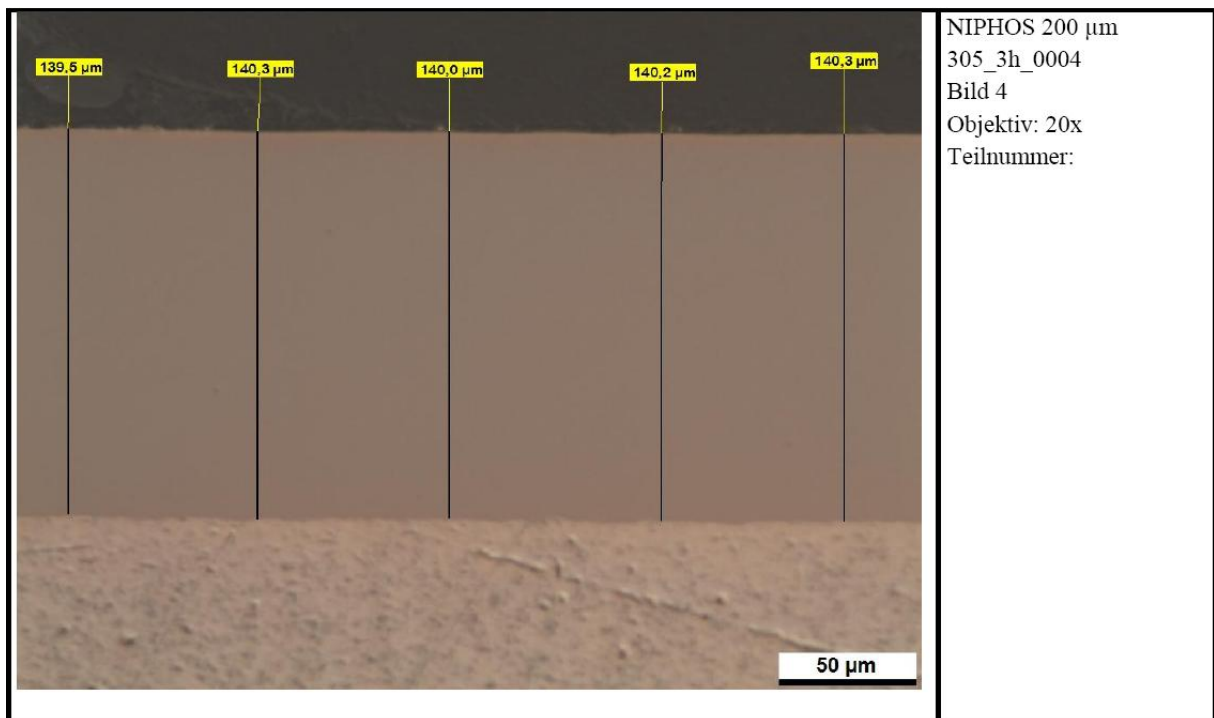
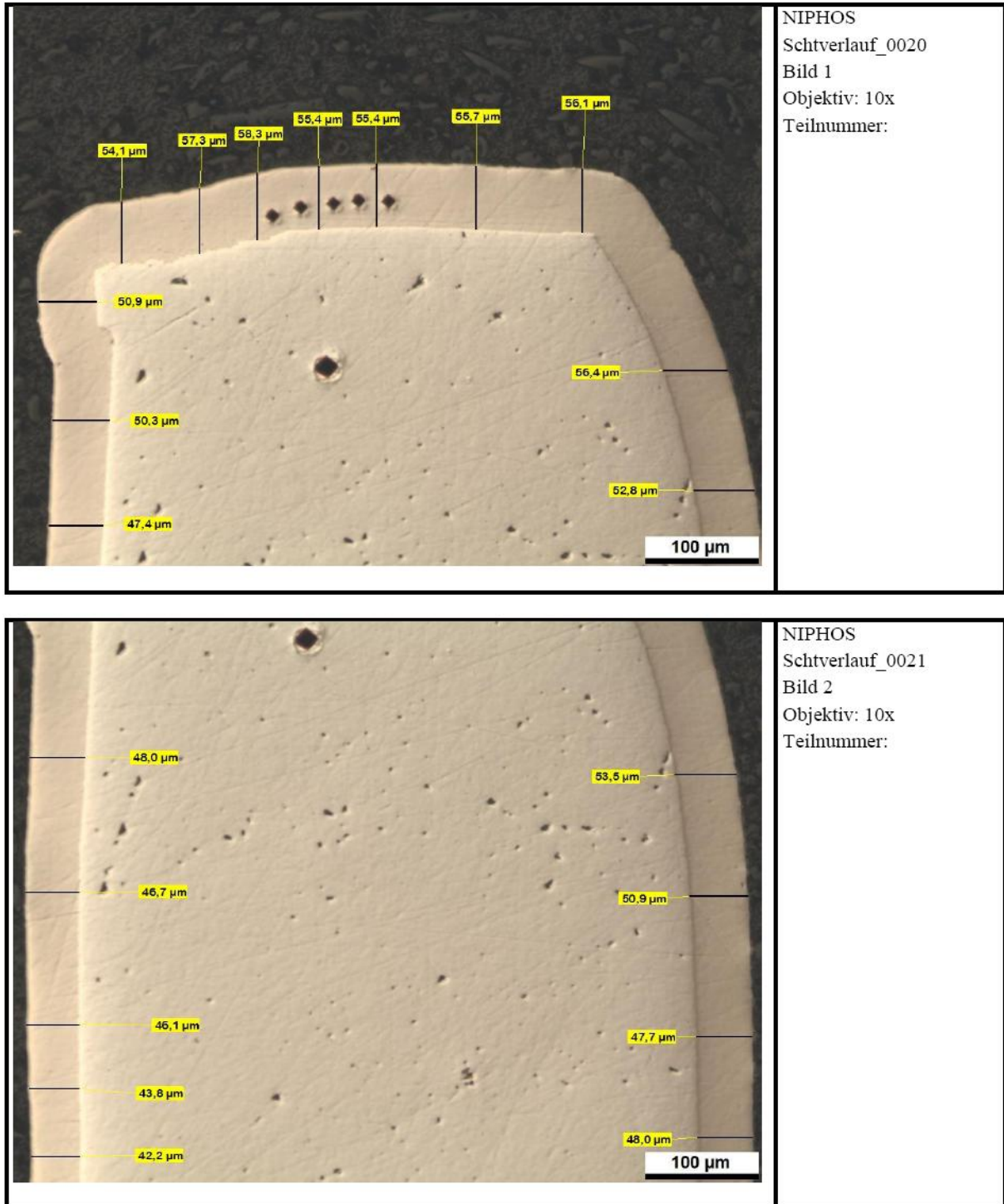


Abbildung 28 galvanische Schicht mit 50µm, 500 facher Vergrößerung, Messpunkt 3

Übersichtsaufnahme über den Verlauf der Schichtdickenverteilung

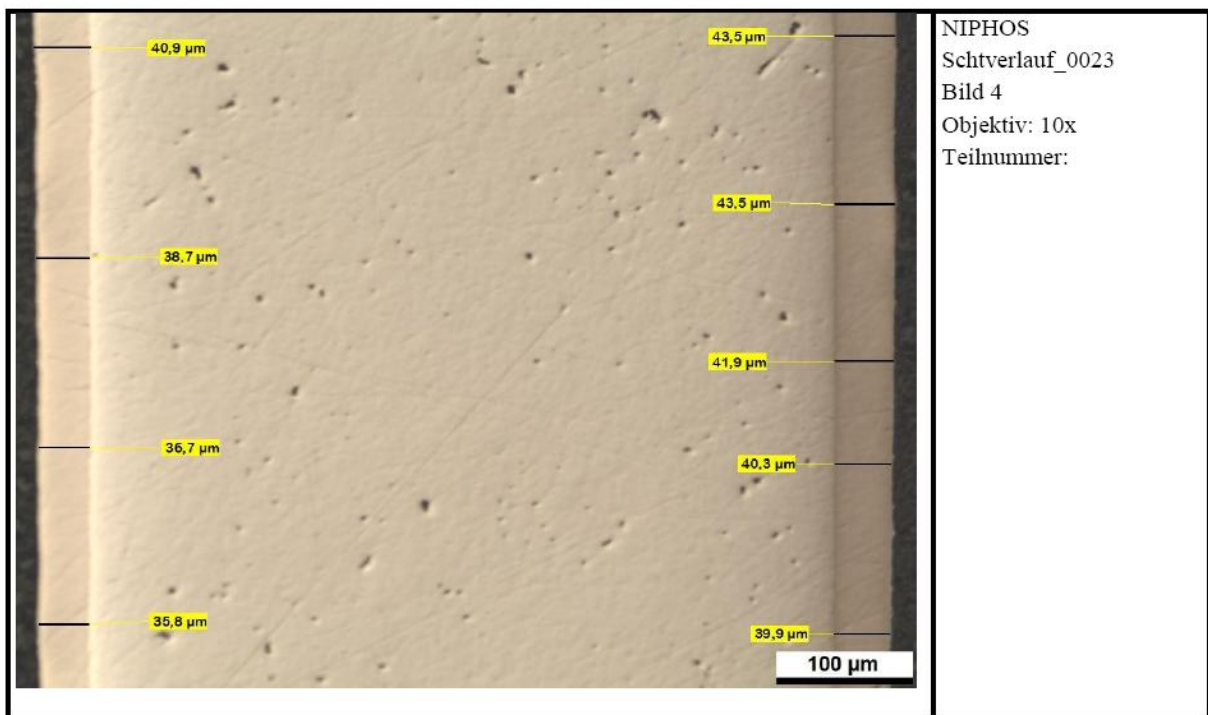
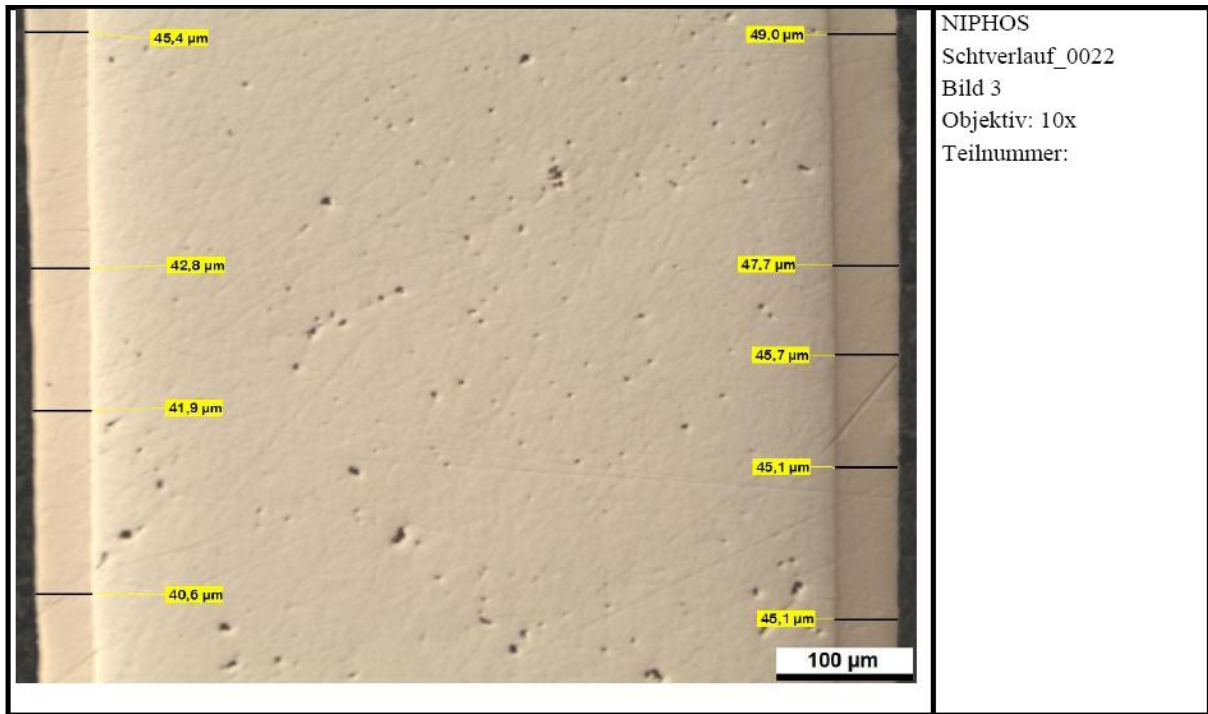
Die Messwerte für diese Aufnahmen sind nicht sehr exakt, auf Grund der geringen Auflösung. Sie stellen aber sehr deutlich dar wie sich die Schicht zur Mitte hin verjüngt.

Abbildung 29 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung



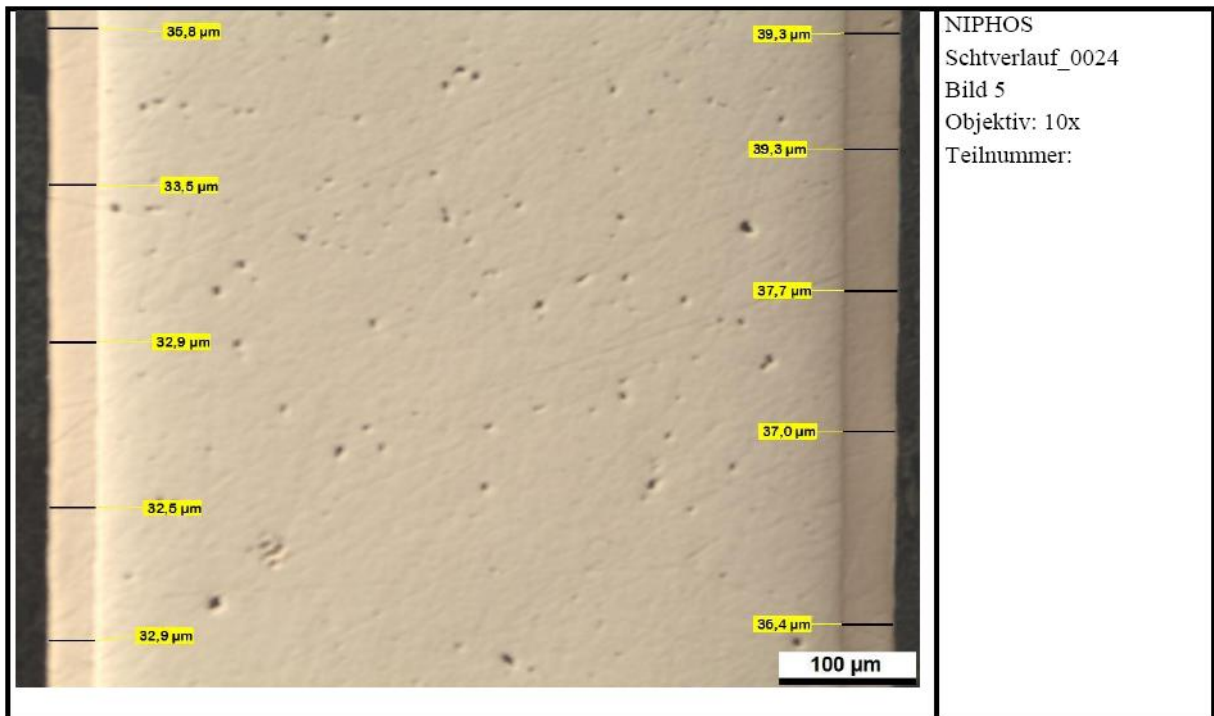
Anhang A5

Abbildung 30 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung

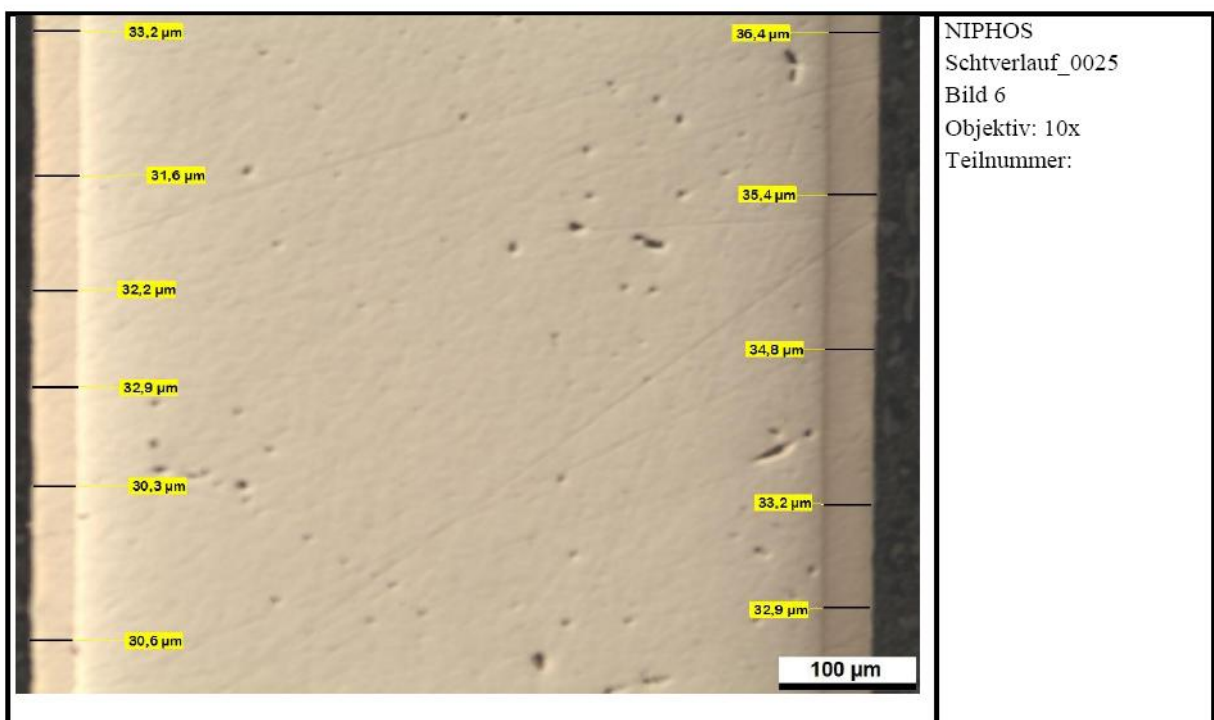


Anhang A5

Abbildung 31 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung

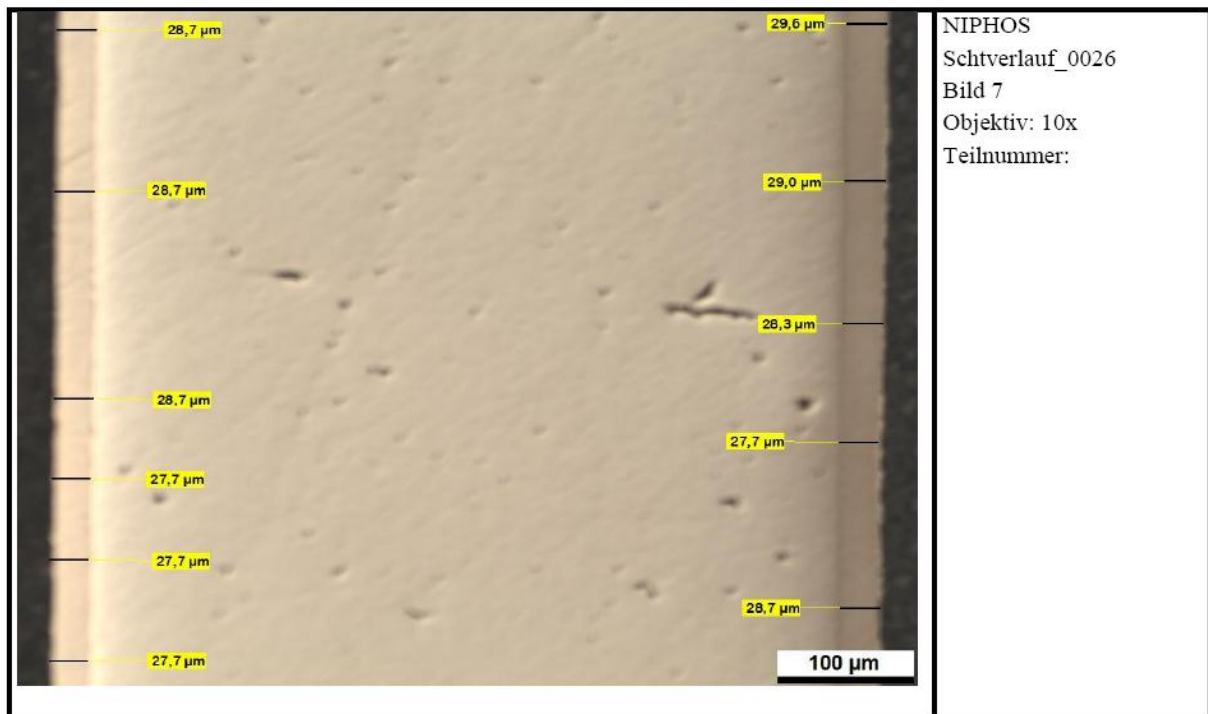


NIPHOS
Schtverlauf_0024
Bild 5
Objektiv: 10x
Teilnummer:



NIPHOS
Schtverlauf_0025
Bild 6
Objektiv: 10x
Teilnummer:

Abbildung 32 Verlauf galvanische Schicht, 100facher Vergrößerung



Anhang A6 Korrosionstest

Neutraler Salzsprühnebeltest

Korrosions-Untersuchungsbericht Nr: 1097/ 2014



<u>IBL/Proj.Nr. :</u>	2013-07
<u>Eingangsdatum</u>	12.12.13
<u>Ausgangsdatum</u>	07.02.14
<u>Auftraggeber</u>	Hr. Groth / Neustadt
<u>Teil</u>	2 x 5 Bleche
<u>Funktionsfläche</u>	Seite mit Zahl
<u>Werkstoff</u>	Stahl
<u>Probenoberfläche</u>	DNC 571 und galv. NiP
<u>Schichtdicke</u>	30 µm
<u>Nachbehandlung</u>	
<u>Sonstiges</u>	Testdauer 1000 Stunden oder <Rp6
<u>Prüfverfahren</u>	DIN EN ISO 9227 - NSS
<u>Bewertung</u>	DIN EN ISO 10289
<u>Medium</u>	50±5 g NaCl/L
<u>Sonst. Parameter</u>	pH-Wert 6,5 – 7,2
<u>Bemerkungen</u>	Die Teile wurden mit Di-Wasser gespült, mit Druckluft getrocknet und beurteilt
<u>Bericht an</u>	Hr. Groth, Fr. Bialkowski
<u>Unterschrift</u>	<i>S. Schöneberger</i>
<u>Bearbeiter / Stunden</u>	Bialkowski, Schöneberger, Wies /3 Stunden

Beurteilung der Proben nach DIN EN ISO 10289

	24 h	48 h	96 h	284 h	356 h	548 h	620 h	716 h	860 h	908 h	1000 h
galv.NIP											
1	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9/8
2	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9
3	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp8	Rp8	Rp8	Rp8
4	Rp8	Rp8	Rp8	Rp8	Rp8	Rp8/7	Rp8/7	Rp7	Rp7	Rp6/5	--
5	Rp10/9	Rp10/9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	R89	R89	R8	R8
DNC 571											
6	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp9	Rp9/8	Rp8	Rp8	Rp7	Rp7	Rp7	Rp7
7	Rp10	Rp10	Rp10	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9/8	Rp9/8	Rp9/8	Rp9/8	Rp8
8	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9/8	Rp8/7	Rp8/7	Rp8/7	Rp7
9	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10/9
10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10

Beurteilung des Schutzgrades(Rp):

Fehlerfläche %	Bewertungsgrad Rp
Kein Fehler	10
0< A ≤ 0,1	9
0,1< A ≤ 0,25	8
0,25< A ≤ 0,5	7
0,5< A ≤ 1,0	6
1,0< A ≤ 2,5	5
2,5< A ≤ 5,0	4
5,0< A ≤ 10	3
10< A ≤ 25	2
25< A ≤ 50	1
50<A	0

Essigsaurer Salzsprühnebeltest

Korrosions-Untersuchungsbericht Nr: 1098/ 2014



IBL/Proj.Nr. : 2013-07

Eingangsdatum 12.12.13

Ausgangsdatum 07.02.14

Auftraggeber Hr. Groth / Neustadt

Teil 2 x 5 Bleche

Funktionsfläche Seite mit Zahl

Werkstoff Stahl

Probenoberfläche DNC 571 und galv. NiP

Schichtdicke 30 µm

Nachbehandlung

Sonstiges <Rp6

Prüfverfahren DIN EN ISO 9227 – AASS
Bewertung DIN EN ISO 10289

Medium 50±5 g NaCl/L

Sonst. Parameter pH-Wert 3,1 – 3,3

Bemerkungen Die Teile wurden mit Di-Wasser gespült, mit Druckluft getrocknet und beurteilt

Bericht an Hr. Groth, Fr. Bialkowski

Unterschrift *S. Schöneberger*

Bearbeiter / Stunden Bialkowski, Schöneberger, Wies /3 Stunden

Anhang A6

Korrosions-Untersuchungsbericht Nr: 1098/ 2014



Beurteilung der Proben nach DIN EN ISO 10289

Beurteilung des Schutzgrades(R_p):

	24 h	48 h	72 h	284 h	308 h	380 h	404h	428 h	548 h	596 h	644 h	716 h
galv.NIP												
1	Rp10	Rp10	Rp9/8	Rp7	Rp7/6	Rp3	--	--	--	--	--	--
2	Rp10	Rp10	Rp10	Rp9	Rp9	Rp9/8	Rp8	Rp8/7	Rp3	--	--	--
3	Rp10	Rp10	Rp9	Rp9/8	Rp9/8	Rp8/7	Rp8/7	Rp8/7	Rp3/2	--	--	--
4	Rp10/9	Rp10/9	Rp9*	Rp8*	Rp8*	Rp5*	--	--	--	--	--	--
5	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp10	Rp10/9	Rp10/9	Rp7	Rp6	--	--
DNC 571												
6	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp7	Rp7	Rp7	Rp7	Rp7	Rp7	Rp5/4	--
7	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp8/7	Rp8	Rp8	Rp8	Rp7/6	Rp7/6	Rp7/6	Rp5
8	Rp10	Rp10	Rp10	Rp8	Rp8	Rp8/7	Rp8/7	Rp8/7	Rp6	--	--	--
9	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp10/9	Rp10/9	Rp9	Rp9	Rp9/8	Rp9/8	Rp8	Rp6
10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp9	Rp9	Rp8	Rp8	Rp8	Rp6	--	--	--

* - kleine Blasen

Fehlerfläche %	Bewertungsgrad R _p
Kein Fehler	10
0< A ≤ 0,1	9
0,1< A ≤ 0,25	8
0,25< A ≤ 0,5	7
0,5< A ≤ 1,0	6
1,0< A ≤ 2,5	5
2,5< A ≤ 5,0	4
5,0< A ≤ 10	3
10< A ≤ 25	2
25< A ≤ 50	1
50< A	0

KESTERNICH-Test

Korrosions-Untersuchungsbericht Nr: 1099/ 2014



IBL/Proj.Nr. : 2013-07

Eingangsdatum 12.12.13

Ausgangsdatum 07.02.14

Auftraggeber Hr. Groth / Neustadt

Teil 2 x 4 Bleche

Funktionsfläche Seite mit Zahl

Werkstoff Stahl

Probenoberfläche DNC 571 und galv. NiP

Schichtdicke 30 µm

Nachbehandlung

Sonstiges

Prüfverfahren DIN EN ISO 6988
Bewertung DIN EN ISO 10289

Medium 0,2 L SO₂

Sonst. Parameter

Bemerkungen

Bericht an Hr. Groth, Fr. Bialkowski

Unterschrift *S. Schöneberger*

Bearbeiter / Stunden Bialkowski, Schöneberger, Wies /3 Stunden

Beurteilung der Proben nach DIN EN ISO 10289Beurteilung des Schutzgrades(R_p):

	1. Zyklus	2. Zyklus	3. Zyklus	4. Zyklus	5. Zyklus	6. Zyklus	7. Zyklus	8. Zyklus	9. Zyklus	10. Zyklus	11. Zyklus	12. Zyklus	13. Zyklus	14. Zyklus
DNC 571														
1	Rp10	Rp10	Rp4	--										
2	Rp10	Rp10	Rp5/4	--										
3	Rp10	Rp8/7	Rp1	--										
4	Rp10	Rp10	Rp6/5	Rp1										
galv.NIP														
1	Rp10	Rp10	Rp10	Rp9	Rp9	Rp8	Rp7	Rp7/6	Rp4	--	--	--	--	--
2	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10/9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9/8	Rp9/8	Rp9/8*	Rp8*
3	Rp10/9	Rp10/9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9/8*	Rp8*
4	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp10	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9	Rp9/8*	Rp9/8*

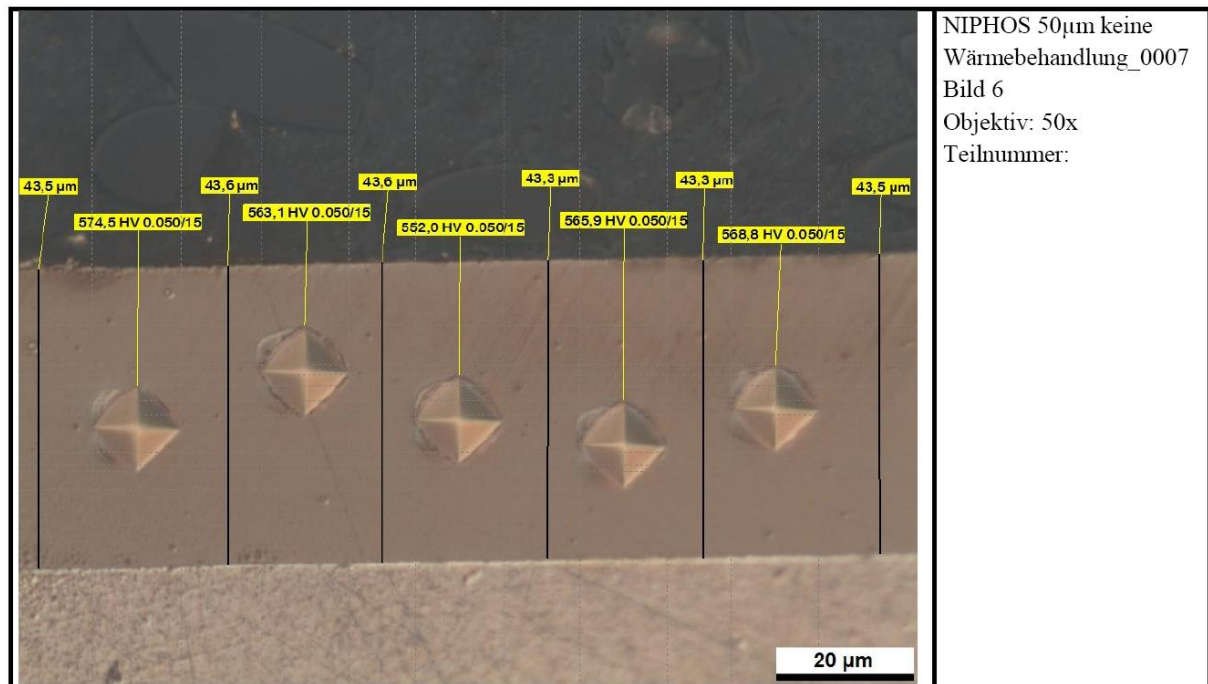
* Die Rückseite der Bleche zeigte sehr starke Korrosion, was erst nach dem 14.Zyklus auffiel, weshalb der Test beendet wurde

Fehlerfläche %	Bewertungsgrad R _p
Kein Fehler	10
0 < A ≤ 0,1	9
0,1 < A ≤ 0,25	8
0,25 < A ≤ 0,5	7
0,5 < A ≤ 1,0	6
1,0 < A ≤ 2,5	5
2,5 < A ≤ 5,0	4
5,0 < A ≤ 10	3
10 < A ≤ 25	2
25 < A ≤ 50	1
50 < A	0

Anhang A7 **Mikrohärte**

Aufnahme ohne Wärmebehandlung.

Abbildung 33 galvanische Schicht, ohne Wärmebehandlung, 500 fache Vergrößerung

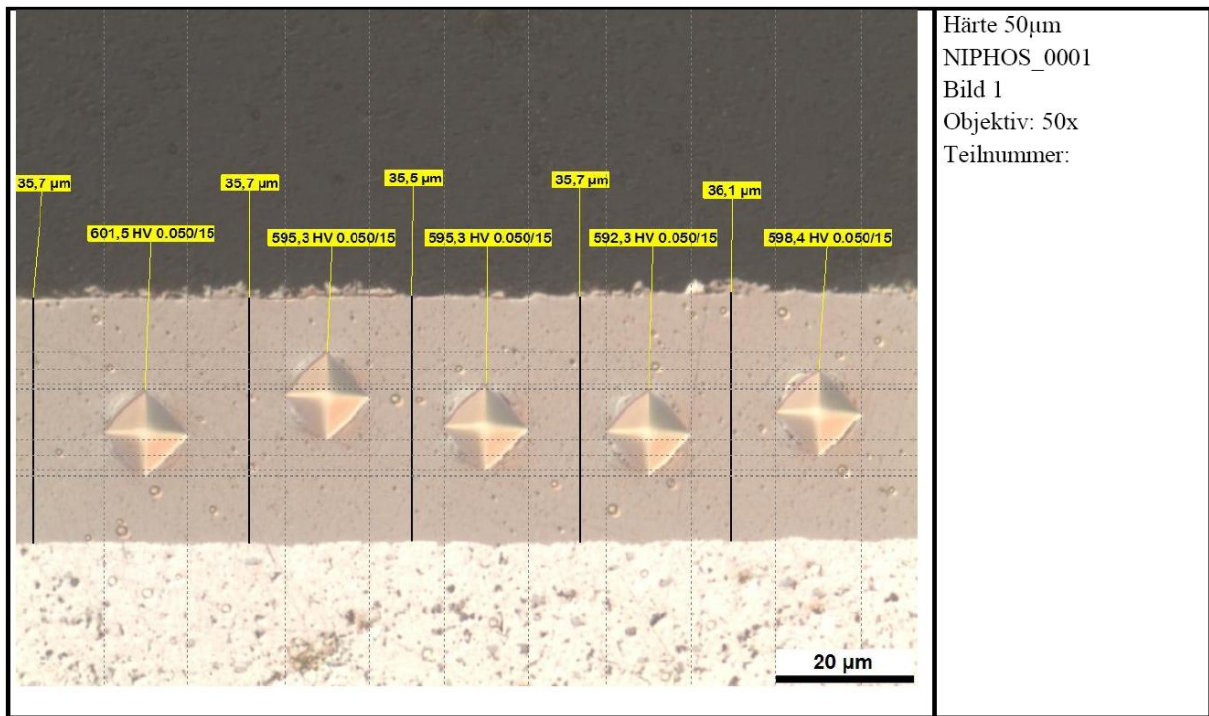


NIPHOS 50μm keine
Wärmebehandlung_0007
Bild 6
Objektiv: 50x
Teilnummer:

Aufnahme Haftungstempern

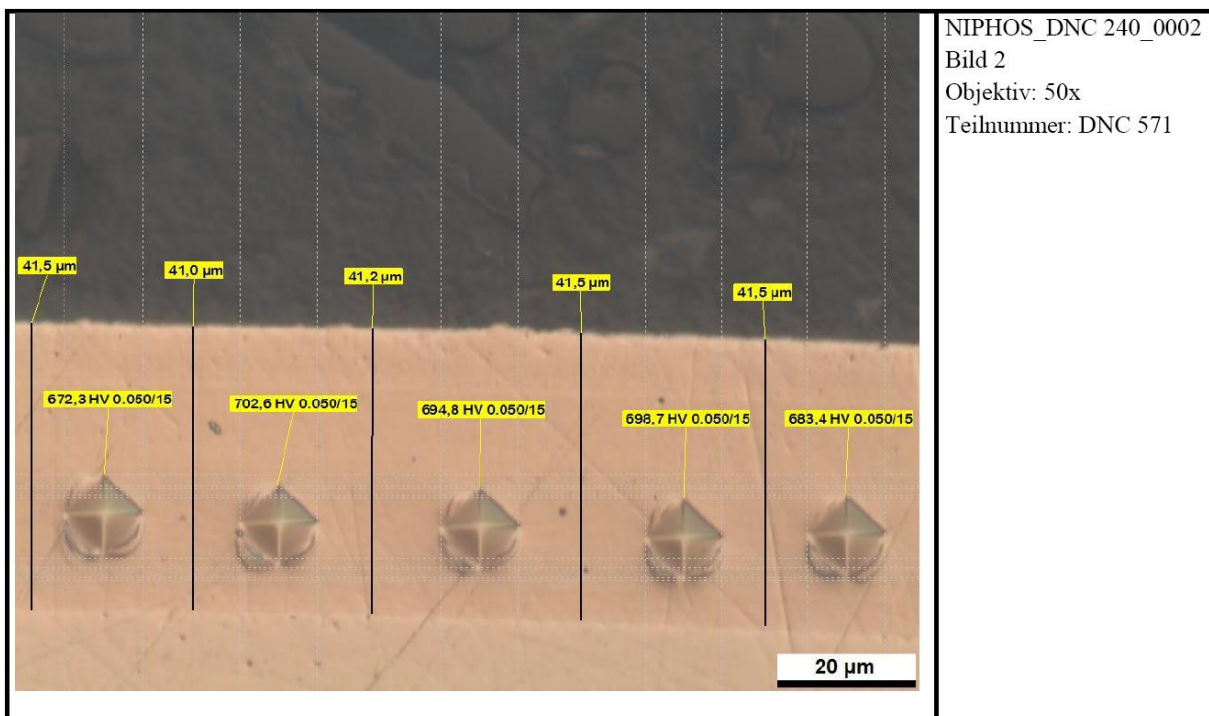
Anhang A7

Abbildung 34 galvanische Schicht, bei 190°C getempert, Dauer 2h, 500 fache Vergrößerung



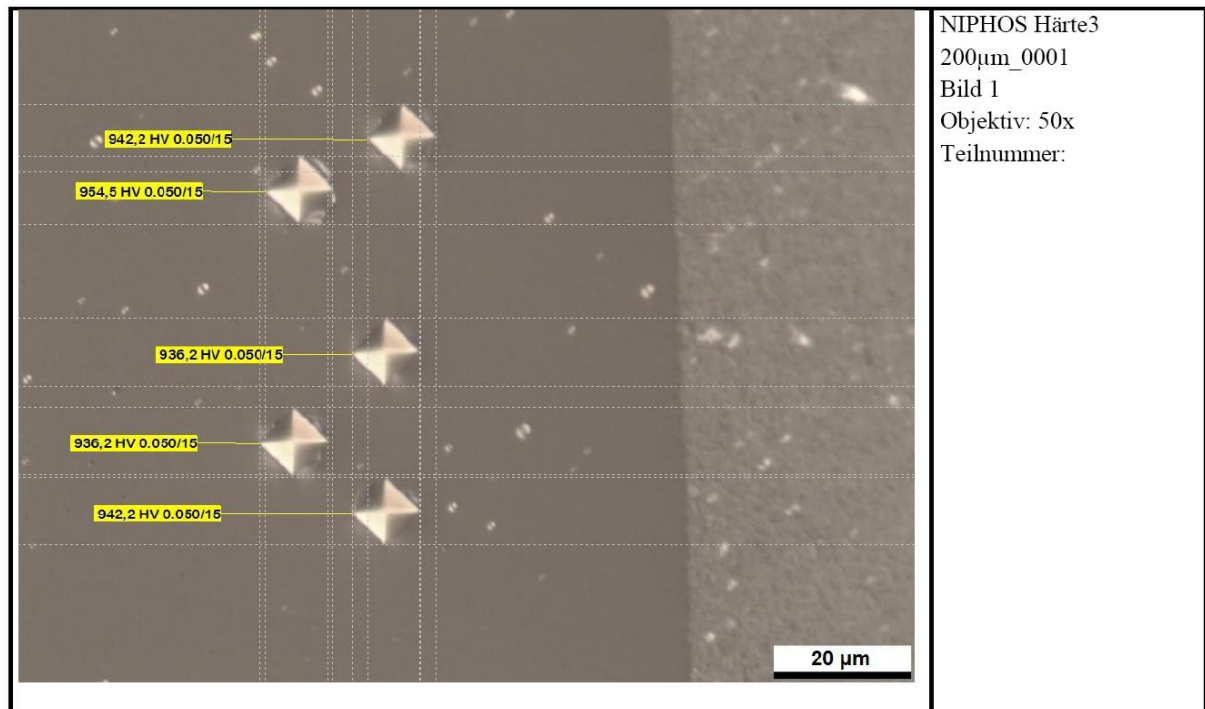
Wärmebehandlung 280°C / 3h Härte ca. 700 HV

Abbildung 35 galvanische Schicht, bei 280°C getempert, Dauer 3h, 500 fache Vergrößerung



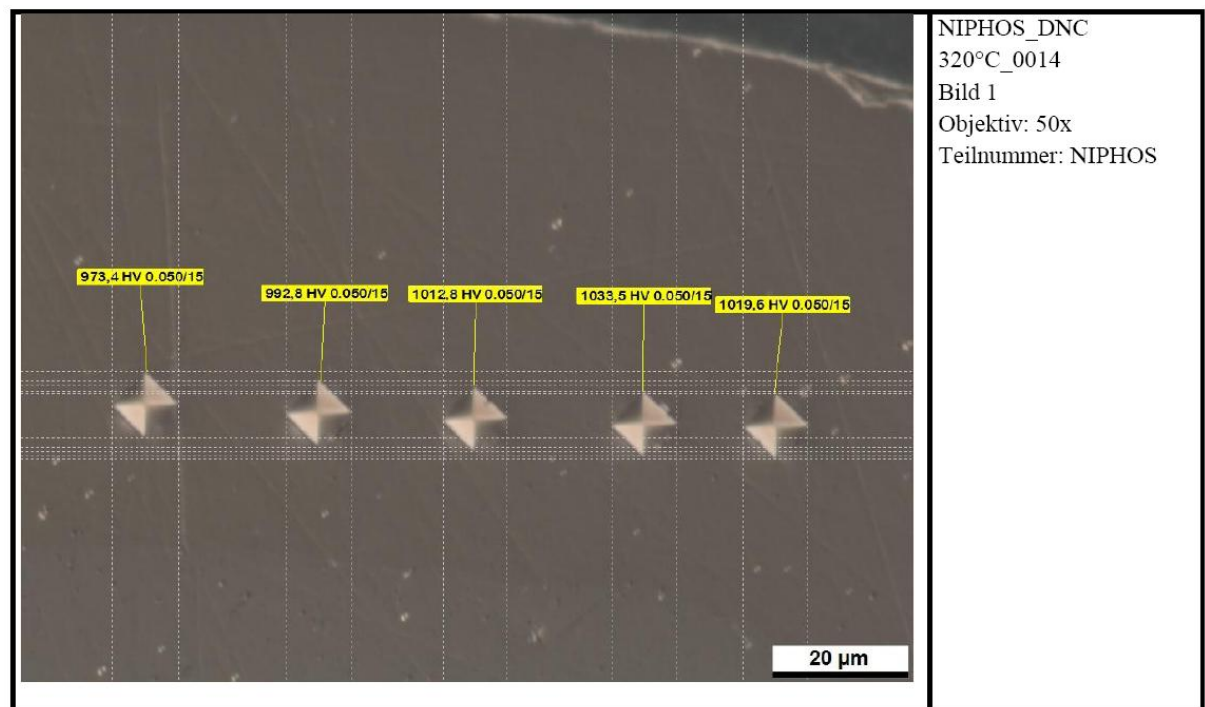
Tempern Aluminium 305°C / 3h

Abbildung 36 galvanische Schicht, bei 305°C getempert, Dauer 3h, 500 fache Vergrößerung



Tempern Stahl 320°C / 3h

Abbildung 37 galvanische Schicht, bei 320°C getempert, Dauer 3h, 500 fache Vergrößerung



Anhang A9 Stift-Scheibe-Tribometer

Gruppe1

1655-13 galv. NiP Schicht / 10000 Umdrehungen IBL2013-07

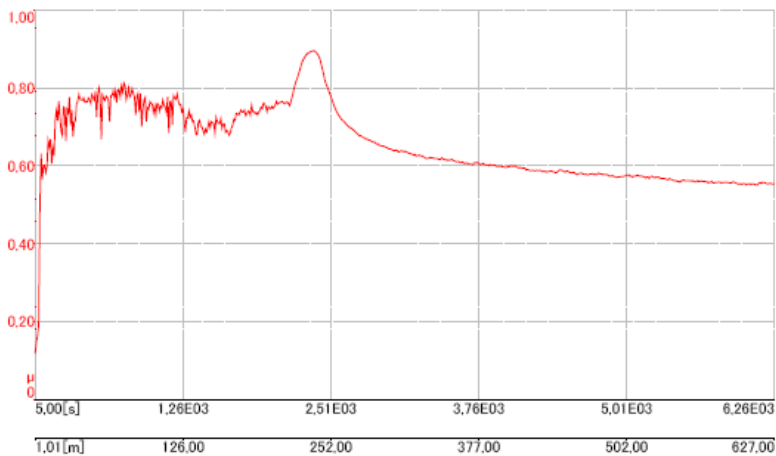
Triboparameter

Tribometer module / Version 4.4.T - Date : 16.12.2013 09:56:23	Erfassung - Radius : 10,00 [mm] - Lin. Geschwindigkeit : 10,00 [cm/s] - Normalkraft : 5,00 [N] - Stop condit. : 10000,0 [lap] - Effectiver Stop : Umdrehungen - Datenerfassungsrate : 0,1 [hz]	Probe - Schicht : NiP galvanisch - Substrat : Stahl - Lieferant : Groth
Statischer Partner - Substrat : 100Cr6 - Reinigung : Isopropanol - Lieferant : Korsten GmbH - Abmasse : 6,00 [mm] - Geometrie : Kugel	Umgebung - Temperatur : 23,00 [<deg>C] Atmosphäre : 45 - Feuchtigkeit : 50,00 [%]	

Probe Abschnitt Reibspur: 17238,0 μm^2 E-Modul: 0,0 GPa Poissonzahl (Nu): 0,000	Statischer Partner Durchmesser der abgeriebenen Kugel: 6,00 mm E-Modul: 0,0 GPa Poissonzahl (Nu): 0,000	Berechnungen Reibgeschwindigkeit: 0,0003453 mm ³ /n/m Partnerverschleissrate: 0 mm ³ /n/m Max Hertzsche Pressung: 0 GPa
--	---	---

Kommentare

Triboscheibe Nr.1



Anhang A9

1656-13 galv. NiP Schicht / 10000 Umdrehungen IBI2013-07

Triboparameter

Tribometer module / Version 4.4.T

- Date : 16.12.2013 13:26:41

Erfassung

- Radius : 10,00 [mm]
- Lin. Geschwindigkeit : 10,00 [cm/s]
- Normalkraft : 5,00 [N]
- Stop condit : 10000,0 [lap]
- Effectiver Stop : Umdrehungen
- Datenerfassungsrate : 0,1 [hz]

Probe

- Schicht : NiP galvanisch
- Substrat : Stahl
- Lieferant : Groth

Statischer Partner

- Substrat : 100Cr6
- Reinigung : Isopropanol
- Lieferant : Korsten GmbH
- Abmasse : 6,00 [mm]
- Geometrie : Kugel

Umgebung

- Temperatur : 23,00 [<deg>C]
- Atmosphäre : 45
- Feuchtigkeit : 50,00 [%]

Probe

Abschnitt Reibspur: 20654,0 μm^2
E-Modul: 0,0 GPa
Poissonzahl (Nu): 0,000

Statischer Partner

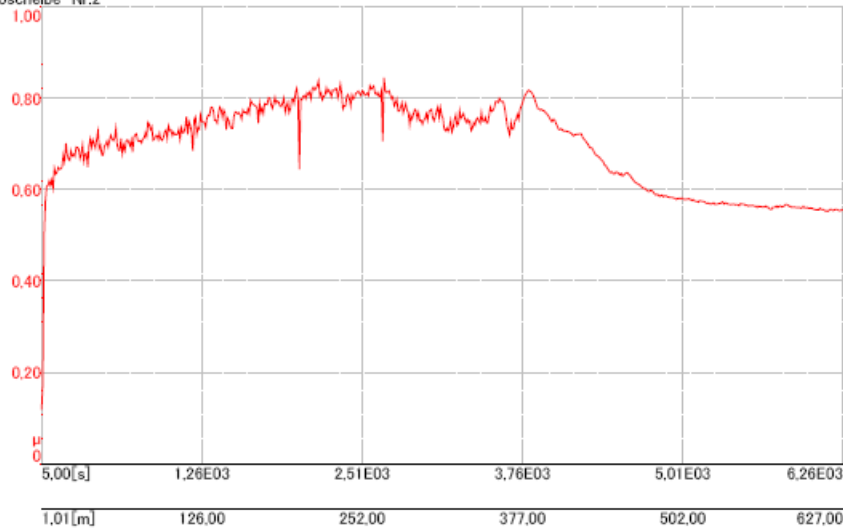
Durchmesser der abgeriebenen Kugel: 6,00 mm
E-Modul: 0,0 GPa
Poissonzahl (Nu): 0,000

Berechnungen

Reibkoeffizient: 0,0004137 mm³/n/m
Partnerverschleissrate: 0 mm³/n/m
Max Hertzsche Pressung: 0 GPa

Kommentare

Triboscheibe Nr.2



Start: 0,119 min: 0,119 max: 0,845 mittel: 0,696 Std.-abw.: 0,094

Zum Vergleich sind die folgenden beiden Kurven von einer DNC 571 Schicht abgebildet. Was beachtet werden muss ist das die Prüfdauer dieser Schichten 100.000 Umdrehungen sind.

Anhang A9

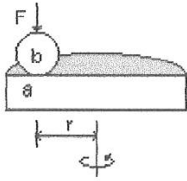
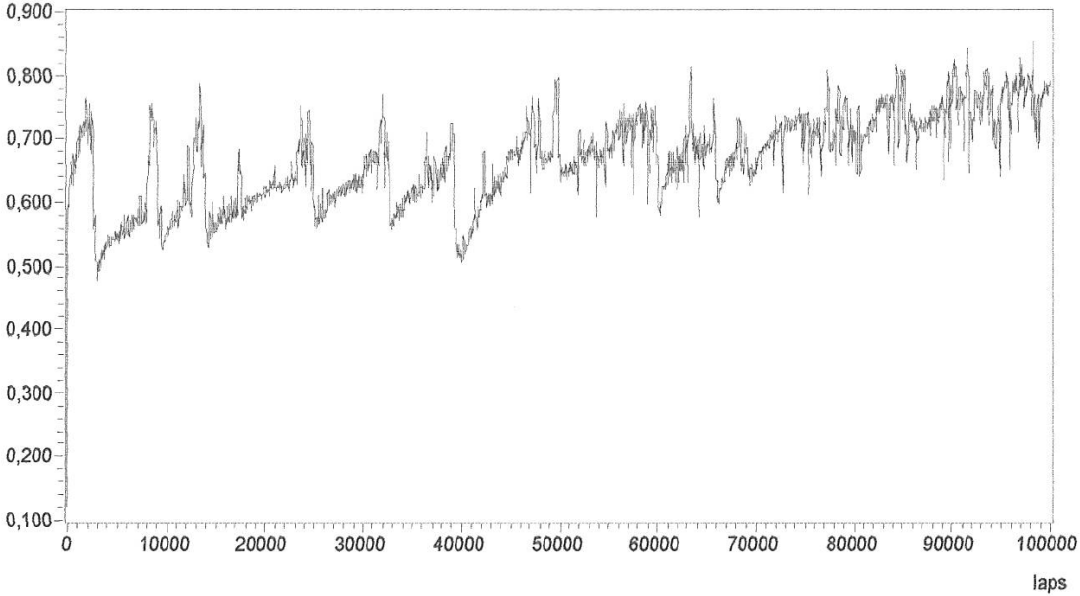


Instruments

Test : 858-1-04

Operator : Wies

Date : Dienstag, 6. April 2004

TYPE OF FRICTION	<div style="display: flex; align-items: center; justify-content: space-around;">  <div style="text-align: center;"> DNC571 a </div> <div style="text-align: center;"> 100Cr6 b </div> </div> <p style="text-align: right;">Tribometer : first</p>																		
TRIBOLOGICAL SYSTEM	<p>Lubricant</p> <p><input type="checkbox"/> yes type : volume : 0,00E+0 ml</p> <p>Application method :</p> <p>Measurement</p> <table style="width: 100%;"> <tr> <td>LOAD :</td> <td>5,00 N</td> <td>atmosphere :</td> <td>air</td> </tr> <tr> <td>distance :</td> <td>99967 laps</td> <td>humidity :</td> <td>45 %</td> </tr> <tr> <td>speed :</td> <td>10,00 cm/s</td> <td>temperature :</td> <td>24 °C</td> </tr> <tr> <td>radius :</td> <td>6,00 mm</td> <td></td> <td></td> </tr> </table>			LOAD :	5,00 N	atmosphere :	air	distance :	99967 laps	humidity :	45 %	speed :	10,00 cm/s	temperature :	24 °C	radius :	6,00 mm		
LOAD :	5,00 N	atmosphere :	air																
distance :	99967 laps	humidity :	45 %																
speed :	10,00 cm/s	temperature :	24 °C																
radius :	6,00 mm																		
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div> <p>Friction</p>  <p>Start 0,121</p> </div> <div style="text-align: right;"> <p>Running-in : 0,0 laps</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">After Running-in distance</th> </tr> <tr> <th>MIN</th> <th>MEAN</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,120</td> <td>0,667</td> </tr> </tbody> </table> <p>MAX 0,853</p> </div> </div>				After Running-in distance		MIN	MEAN	0,120	0,667										
After Running-in distance																			
MIN	MEAN																		
0,120	0,667																		
PARTNERS	<p>Sample (a)</p> <p>coating : DNC571</p> <p>substrate : Stahl</p> <p>cleaning :</p> <p>supplier :</p>	<p>Static partner (b)</p> <p>ball 6,00 mm</p> <p>coating :</p> <p>substrate : 100Cr6</p> <p>cleaning : alkohol</p> <p>supplier :</p>																	

Anhang A9

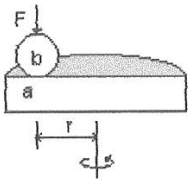
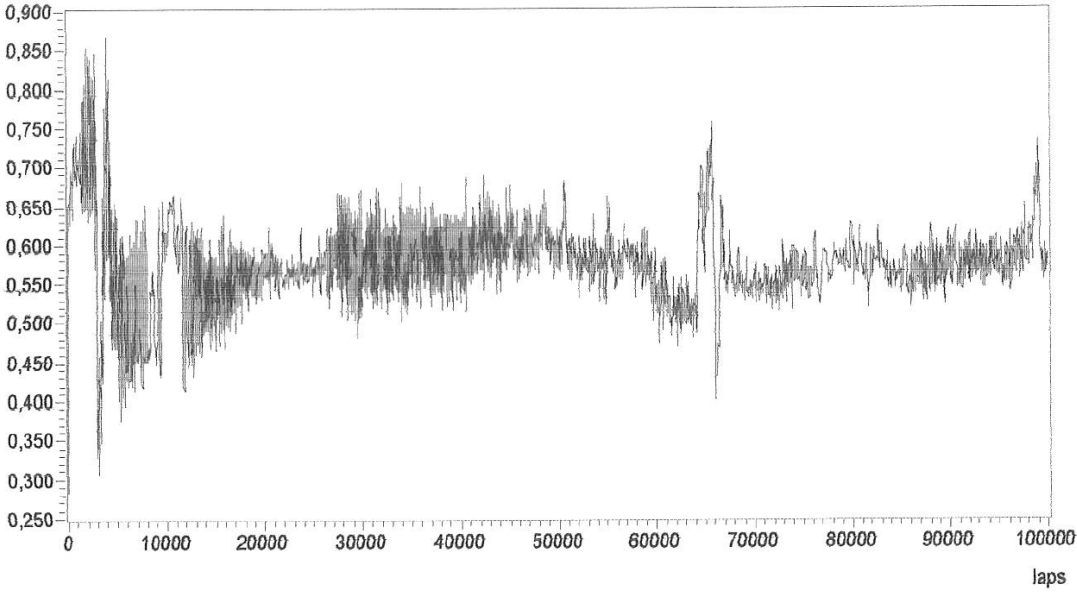


Instruments

Test: 888-04

Operator : Schöneberger

Date : Donnerstag, 6. Mai

<p>TYPE OF FRICTION</p>	<div style="display: flex; align-items: center;">  <div style="margin-left: 20px;"> <p>DNC 571 / 100Cr6</p> <p>a / b</p> </div> </div> <p style="text-align: right;">Tribometer : first</p>																				
<p>TRIBOLOGICAL SYSTEM</p>	<p>Lubricant</p> <p><input type="checkbox"/> yes type : volume : 0,00E+0 ml</p> <p>Application method :</p> <p>Measurement</p> <table style="width: 100%;"> <tr> <td>LOAD</td><td>: 5,00 N</td><td>atmosphere</td><td>: air</td></tr> <tr> <td>distance</td><td>: 99960 laps</td><td>humidity</td><td>: 45 %</td></tr> <tr> <td>speed</td><td>: 10,00 cm/s</td><td>temperature</td><td>: 28 °C</td></tr> <tr> <td>radius</td><td>: 10,00 mm</td><td></td><td></td></tr> </table>	LOAD	: 5,00 N	atmosphere	: air	distance	: 99960 laps	humidity	: 45 %	speed	: 10,00 cm/s	temperature	: 28 °C	radius	: 10,00 mm						
LOAD	: 5,00 N	atmosphere	: air																		
distance	: 99960 laps	humidity	: 45 %																		
speed	: 10,00 cm/s	temperature	: 28 °C																		
radius	: 10,00 mm																				
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <p>Friction</p> <table> <tr> <td>Running-in :</td> <td colspan="3">After Running-in distance</td> </tr> <tr> <td>0,0 laps</td> <td>MIN</td> <td>MEAN</td> <td>MAX</td> </tr> <tr> <td></td> <td>0,282</td> <td>0,576</td> <td>0,866</td> </tr> </table> </div>  <p style="text-align: left;">Start 0,178</p>		Running-in :	After Running-in distance			0,0 laps	MIN	MEAN	MAX		0,282	0,576	0,866								
Running-in :	After Running-in distance																				
0,0 laps	MIN	MEAN	MAX																		
	0,282	0,576	0,866																		
<p>PARTNERS</p>	<table style="width: 100%;"> <tr> <th>Sample (a)</th><th>Static partner (b)</th><th>ball</th><th>6,00 mm</th></tr> <tr> <td>coating : DNC 571 Nr.1</td><td>coating :</td><td></td><td></td></tr> <tr> <td>substrate : stahl</td><td>substrate : 100Cr6</td><td></td><td></td></tr> <tr> <td>cleaning :</td><td>cleaning : alkohol</td><td></td><td></td></tr> <tr> <td>supplier :</td><td>supplier :</td><td></td><td></td></tr> </table>	Sample (a)	Static partner (b)	ball	6,00 mm	coating : DNC 571 Nr.1	coating :			substrate : stahl	substrate : 100Cr6			cleaning :	cleaning : alkohol			supplier :	supplier :		
Sample (a)	Static partner (b)	ball	6,00 mm																		
coating : DNC 571 Nr.1	coating :																				
substrate : stahl	substrate : 100Cr6																				
cleaning :	cleaning : alkohol																				
supplier :	supplier :																				

Quellenverzeichnis

AHC Oberflächentechnik. (4. erweiterte Auflage 1999). Die AHC-Oberflächentechnik Handbuch für Konstruktion und Fertigung.

GmbH, U. G. (2010). Arbeitsanleitung NIPHOS 966.

Kanani, P. D.-I. (2007). Chemische Vernickelung. Bad Saulgau: Eugen G. Leuze Verlag.

Kanani, P. D.-I. (2009). Galvanotechnik. München Wien: Carl Hanser Verlag .

Köster, P. D. (kein Datum). Metallschichten. Folie 9 . Hochschule Mittweida.

Müller, P. D.-I. (2011/20012). Vorlesungsskript Prüfen von Schichten und Oberflächen.